

THÈSES

présentées à la

FACULTÉ DES SCIENCES DE PARIS

pour obtenir

le Grade de **Docteur ès Sciences Physiques**

par

Christian **DE** MERCOYROL DE BEAULIEU

Licencié ès Sciences Physiques

Ingénieur E. N. S. C. P.

1^{re} Thèse :

Étude sur l'apparition et la stabilité de l'état polygonisé
dans les cristaux de fer et d'aluminium purs.

2^e Thèse :

Propositions données par la Faculté.

Soutenues le 24 Mai 1955 devant la Commission d'Examen

Président : M. G. CHAUDRON

Examineurs : MM. J. WYART

J. BENARD



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41553821_0006

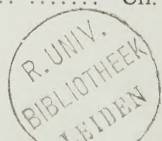
UNIVERSITÉ DE PARIS — FACULTÉ DES SCIENCES

Doyen M.J. PERÈS.

PROFESSEURS :

G. JULIA	T Analyse supérieure et Algèbre supérieure.	JANET	T Mécanique analytique et Mécanique céleste.
E. DARMOIS	T Enseignement de Physique.	PETIT	T Biologie maritime.
R. LEVY	T Physiologie comparée.	QUENEY	T Météorologie et dynamique atmosphérique.
FOCH	T Mécanique physique et expérimentale.	GALLIEN	T Embryologie.
PAUTHENIER	T Electronique générale.	EICHHORN	T Biologie végétale (P.C.B.).
De BROGLIE	T Théories physiques.	De CUGNAC	T Biologie végétale (P.C.B.).
JOB	T Chimie générale.	M ^{lle} CAUCHOIS	T Chimie physique.
PRENANT	T Anatomie et Histologie comparées.	THELLIER	T Physique du Globe.
GARNIER	T Géométrie supérieure.	AUDUBERT	T Electrochimie.
PERES	T Mécanique des fluides et applications.	L'HÉRITIER	T Génétique.
LAUGIER	T Physiologie générale.	GRIVET	T Radioélectricité.
M. CURIE	T Physique (P.C.B.).	PONCIN	T Mécanique des fluides.
BARRABE	T Géologie structurale et Géologie appliquée.	THIRY	T Mécanique appliquée.
G. DARMOIS	T Calcul des probabilités et Physiques Mathématiques.	DUBREIL	T Arithmétique et théorie des nombres.
J. BOURCART	T Géographie physique et Géologie dynamique.	QUELET	T Chimie organique.
M ^{me} JOLIOT-CURIE ..	T Physique nucléaire et Radio-activité.	CAGNIARD	T Géophysique appliquée.
PLANTEFOL	T Botanique.	CHAMPETIER	T Chimie macromoléculaire.
CABANNES	T Recherches physiques.	CUVILLIER	T Géologie structurale et Géologie appliquée.
GRASSE	T Evolution des êtres organisés.	JUNG	T Pétrographie.
PREVOST	T Chimie organique.	TRILLAT	T Chimie physique.
BOULIGAND	T Application de l'analyse à la Géométrie.	WIEMANN	T Chimie (M.P.C.).
CHAUDRON	T Chimie appliquée.	JACQUINOT	T Spectroscopie et Physique céleste.
WYART	T Minéralogie.	VASSY	Physique de l'atmosphère.
TEISSER	T Zoologie.	DESTOUCHES	Théories physiques.
MANGENOT	T Biologie végétale.	M. PRUVOST	T Géologie.
P. AUGER	T Physique quantique et relativité.	AMIEL	T Chimie (P.C.B.).
MONNIER	T Physiologie des fonctions.	HOCART	T Minéralogie.
PIVETEAU	T Géologie.	J.P. MATHIEU	T Physique (P.C.B.).
ROCARD	T Physique (E.N.S.).	COUTEAUX	Biologie animale (P.C.B.).
H. CARTAN	T Mathématiques (E.N.S.).	MAY	Biologie animale (P.C.B.).
LAFFITTE	T Chimie générale.	CHOQUET	T Calcul différent. et intégral.
FAVARD	T Mécanique générale.	FELDMANN	Biologie (P.C.B.).
COULOMB	T Physique du globe.	GUINIER	T Physique (P.C.B.).
M ^{lle} COUSIN	T Biologie animale (P.C.B.).	JOST	T Biologie (P.C.B.).
CHRETIEN	T Chimie minérale	FORTET	Calcul des probabilités.
P. DRACH	T Zoologie.	SCHWARTZ	T Méth. math. de la physique.
KASTLER	T Physique.	CHOUARD	T Physiologie végétale.
EPHRUSSI	T Génétique.	MALAVARD	T Aviation.
WURMSER	T Biologie physico-chimique.	BRELOT	T Calcul différentiel.
RIVIÈRE	T Géologie (S.P.C.N.).	NORMANT	T Chimie (P.C.B.).
GAUTHERET	T Biologie végétale (P.C.B.).	BENARD	Chimie (P.C.B.).
LUCAS	T Physique.	BUVAT	Botanique (E.N.S.).
A. THOMAS	T Biologie cellulaire.	DUGUE	T Statistiques mathématiques.
ARNULF	T Optique appliquée.	GELOSO	Chimie (S.P.C.N.).
MAX MORAND	Physique.	SOULAIRAC	Psychophysiologie.
SOLEILLET	T Physique.	ULRICH	T Physiologie végétale.
FORTIER	T Mécanique expér. des fluides.	MARÉCHAL	Optique théor. et appliquée.
DANJON	T Astronomie.	KIRRMANN	T Théories chimiques.
FROMAGEOT	T Chimie biologique.	CHADEFAUD	Botanique.
LAPORTE	T Physique générale et Radio-activité.	DESTRIAU	Physique (M.P.C.).
		M ^{lle} Le BRETON	Physiologie générale.
		SALEM	Mathématiques générales.
		ESCLANGON	T Physique (P.C.B.).
		LELONG	T Mathématiques générales.

Secrétaire Général .. Ch. MONIER.



THÈSES

présentées à la

FACULTÉ DES SCIENCES DE PARIS

pour obtenir

le Grade de **Docteur ès Sciences Physiques**

par

Christian DE MERCOYROL DE BEAULIEU

Licencié ès Sciences Physiques

Ingénieur E. N. S. C. P.

1^{re} Thèse :

Étude sur l'apparition et la stabilité de l'état polygonisé
dans les cristaux de fer et d'aluminium purs.

2^e Thèse :

Propositions données par la Faculté.

Soutenues le 24 Mai 1955 devant la Commission d'Examen

Président : M. G. CHAUDRON

Examineurs : MM. J. WYART

J. BENARD

PRÉFACE

M. de Beaulieu, qui fait partie actuellement des services de recherches de l'Institut de Recherches de la Sidérurgie, a effectué ce travail au laboratoire de Vitry du Centre National de la Recherche Scientifique. M. de Beaulieu s'était tout d'abord proposé de préparer des monocristaux de fer aussi parfaits que possible à partir du métal très pur qui était préparé par son collègue de laboratoire, M. Talbot.

M. de Beaulieu utilisait la méthode dite de l'écroutissage critique de Carpenter et Elam qui était bien connue au laboratoire ; dans le cas des fers industriels, cette méthode n'avait jamais donné d'insuccès. Or il se heurta dans le cas des fers très purs à une impossibilité complète d'obtenir de gros cristaux, même en faisant varier l'écroutissage dans de fortes proportions.

L'examen micrographique mit en évidence la polygonisation de tous les grains cristallins constituant les éprouvettes. Cette structure polygonisée apparaissait donc comme très stable et elle empêchait complètement le développement des cristaux. Ces dernières expériences qui furent faites en collaboration avec M. Talbot ont été développées par ce dernier auteur dans son travail de thèse où il en a montré toutes les conséquences.

M. de Beaulieu a également étudié l'apparition de la polygonisation dans le cas de l'aluminium très pur. On pouvait se procurer au laboratoire de l'aluminium de haute pureté et en particulier le métal entièrement nouveau obtenu à Vitry par la méthode de la zone fondue. D'autre part, des analyses très précises par les radioéléments, et des mesures de conductibilité à basse température, permettent de définir exactement les échantillons étudiés.

L'auteur a tout d'abord déterminé les conditions de la polygonisation pour les différents degrés de pureté du métal. Pour déceler l'apparition de ce phénomène, il a utilisé concurremment la méthode de Laue avec focalisation à grande distance, suivant la technique décrite par Guinier et Tennevin, et la technique micrographique bien connue au laboratoire de Vitry depuis les premières recherches de Lacombe et Beaujard sur ce sujet.

Dès ses premières expériences, M. de Beaulieu montre que la polygonisation de l'aluminium s'effectue plus facilement et plus rapidement avec les métaux les plus purs, comme dans le cas du fer. Par exemple, il a observé la subdivision des taches de rayons X données par un monocristal d'aluminium écroui, après quelques heures de chauffage à 630°C dans le cas d'un aluminium de zone fondue de titre 99,999, tandis qu'il était nécessaire de maintenir le recuit à cette température pendant plusieurs jours s'il s'agissait d'un métal industriel.

M. de Beaulieu a montré l'importance des tensions internes pour favoriser l'arrangement des dislocations en parois ; en particulier la trempe qui donne une faible déformation plastique constitue une méthode de choix pour obtenir la polygonisation de monocristaux. Comme dans le cas du fer, ce travail a également permis de faire une constatation d'importance capitale : l'état polygonisé apparaît comme un état très stable.

Des expériences récentes effectuées au laboratoire de Vitry apportent de nouveaux développements aux recherches de M. de Beaulieu : M. Jean Montuelle a montré que le simple fait de passer à faible vitesse un monocristal dans un four présentant un gradient de température aux environs de 630°C provoquait la polygonisation du cristal et empêchait le développement de cristaux de grandes dimensions. Certaines impuretés, par exemple le lithium à la teneur de 0,16 atome %, empêchent la polygonisation. On retrouve ce phénomène de polygonisation par élimination du lithium.

Il est curieux de signaler que la méthode si ingénieuse de Burgers et Tiedema pour la préparation de monocristaux dont l'orientation est déterminée à l'avance, n'est pas applicable dans le cas de l'aluminium très pur, précisément par suite de l'apparition prématurée de la polygonisation. La perfection des techniques utilisées par M. de Beaulieu et également la confrontation de leurs résultats, ont permis à l'auteur d'apporter de nouveaux faits dans tout ce domaine de la recristallisation des métaux purs.

Comme directeur de ce travail, je suis tout à fait satisfait de constater que les publications sous forme de notes à l'Académie des Sciences, qui renferment les principales conclusions, ont déjà vivement intéressé les métallurgistes étrangers.

D'autre part, M. de Beaulieu a fait école au laboratoire même de Vitry. M. Montuelle a pour ainsi dire greffé son travail de thèse sur le sien et lui aussi paraît avoir un champ d'étude très vaste, puisqu'il aborde maintenant les propriétés nouvelles de l'état polygonisé.

Un travail de doctorat de cette valeur fait présager que son auteur continuera des recherches fort intéressantes dans les services de l'Institut de Recherches de la Sidérurgie. Je tiens à cette occasion à remercier la direction générale de cet Institut qui a bien voulu me confier la formation scientifique de M. de Beaulieu.

G. CHAUDRON,

Membre de l'Institut,

Directeur du Laboratoire de Vitry

du Centre National de la Recherche Scientifique.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	3
Chapitre I. — NOUVELLES PROPRIETES DU FER ET DE L'ALUMINIUM TRES PURS	
A — Nouvelles propriétés du fer très pur	
a) Généralités	4
b) Importance de l'homogénéisation du métal pour la préparation de monocristaux de fer pur industriel	5
c) Inhibition de la croissance des grains par le phénomène de polygonisation pour le fer très pur	5
d) Obtention de gros cristaux de fer très pur par la méthode de cémentation	9
e) Expériences sur le fer Armco purifié par recuit très prolongé	9
f) Rôle des impuretés, en particulier du carbone	9
B — Nouvelle méthode de polygonisation des gros cristaux d'aluminium	
a) Préparation des monocristaux d'aluminium très pur	9
b) Méthodes d'études de la polygonisation	
1 — La micrographie	14
2 — La diffraction des rayons X	14
c) Essais d'obtention de cristaux d'aluminium polygonisés - Discussion des résultats	15
d) Nouvelle méthode de trempe à l'eau	20
Chapitre II — APTITUDE A LA POLYGONISATION EN FONCTION DE LA PURETE POUR LE FER ET L'ALUMINIUM	
A — Aptitude à la polygonisation en fonction de la pureté dans le cas du fer	
a) Monocristal de fer Armco	22
b) Monocristal de fer pur	27
c) Monocristal de fer pur carburé - Rôle du carbone	27
B — Aptitude à la polygonisation en fonction de la pureté dans le cas de l'aluminium.	
a) Comparaison de monocristaux d'aluminium de différents degrés de pureté	27
b) Obtention de monocristaux d'aluminium polygonisés sans déformation mécanique postérieure à leur croissance	33
c) Relations entre les diagrammes de diffraction des rayons X et l'aspect micrographique des cristaux d'aluminium polygonisés	33
Chapitre III — CONCLUSIONS SUR L'ETAT POLYGONISE	
A — Stabilité de l'état polygonisé - Historique de la question	37
B — Migration des dislocations sous l'effet des tensions internes du métal	39
CONCLUSIONS GENERALES	40
BIBLIOGRAPHIE	41

INTRODUCTION

La préparation des monocristaux à partir de métaux de haute pureté permet de grands progrès dans la connaissance des propriétés réelles des métaux (1). C'est en cherchant à préparer des monocristaux de fer très pur que nous avons été conduit à étudier le phénomène si intéressant de la polygonisation.

Les imperfections du réseau cristallin et principalement les dislocations peuvent, à une certaine température, se déplacer et se rassembler pour former de nouvelles limites à l'intérieur du cristal. C'est ce qu'il est convenu d'appeler polygonisation. Nos expériences montrent que le déplacement des dislocations s'effectue d'autant plus facilement que le métal est plus pur, et que l'apparition de l'état polygonisé a lieu à des températures relativement basses dans le cas des métaux très purs.

Si l'on cherche à préparer, par la méthode classique de l'écrouissage critique, des monocristaux de fer pur, l'apparition prématurée de la polygonisation s'oppose au développement des cristaux car cet état polygonisé apparaît comme un état très stable. Pour éviter l'apparition de ce phénomène et donc obtenir des monocristaux, nous avons introduit dans le métal de départ une trace de carbone et il est possible de l'éliminer ensuite par recuit dans l'hydrogène.

Nous retrouvons des résultats analogues dans le cas de l'aluminium très pur ; nous avons spécialement étudié l'application de la diffraction des rayons X au moyen de la méthode de focalisation à grande distance, suivant la technique de Guinier et Tennevin.

Nous montrons un phénomène nouveau : la polygonisation du métal pur après trempe et recuit.

Ces recherches nécessitent la mise au point de nouvelles techniques physiques et chimiques et nous avons collaboré au Laboratoire de Vitry aux travaux d'un groupe de chercheurs sur les propriétés des métaux très purs. Nous insisterons donc sur les parties et les conclusions qui sont la conséquence la plus directe de notre travail personnel.

Ce travail sera divisé en trois parties :

Chapitre I : Nouvelles propriétés du fer et de l'aluminium très purs.

Chapitre II : Aptitude à la polygonisation en fonction de la pureté pour le fer et l'aluminium.

Chapitre III : Conclusions sur l'état polygonisé.

**

Nous prions M. Georges Chaudron, Membre de l'Institut, Professeur à la Faculté des Sciences, Directeur du Laboratoire de Vitry (Centre d'Etudes de Chimie Métallurgique du C.N.R.S.) de bien vouloir accepter l'expression de notre vive reconnaissance pour la direction qu'il a donnée à nos travaux et pour les fructueux enseignements que nous avons retirés de ces quelques années passées au Laboratoire de Vitry.

Nous tenons à remercier tout particulièrement notre collègue et ami Jean Talbot avec qui nous avons étroitement collaboré sur le sujet des métaux purs.

Nous voulons aussi remercier tous nos camarades du Laboratoire, en particulier M. P. Bussy et MM. Albert et Montuelle.

Enfin nous exprimons toute notre reconnaissance à la Direction de l'IRSID, pour l'aide matérielle qui nous a permis de mener à bonne fin ce travail de Doctorat.

CHAPITRE I

NOUVELLES PROPRIÉTÉS DU FER ET DE L'ALUMINIUM TRÈS PURS

A — NOUVELLES PROPRIÉTÉS DU FER TRÈS PUR

a) Généralités.

Une éprouvette métallique recristallisée, sans tension, se trouve dans un état stable, de basse énergie. Pour faire varier d'une manière importante la forme et l'orientation des cristaux de cette éprouvette, il est nécessaire de fournir au métal une certaine quantité d'énergie ; l'éprouvette est alors dans un état métastable, un recuit permettant le dégagement de la plus grande partie de l'énergie emmagasinée ; ce dégagement d'énergie est accompagné de variations importantes de certaines propriétés du métal. On retrouve alors un nouvel état stable (2).

De nombreux chercheurs ont étudié les problèmes posés par la recristallisation ; Carpenter et Elam, les premiers, eurent le mérite de donner quelques idées précises sur la question (3). Ils introduisirent la notion d'écrouissage critique : Pour un métal donné et pour une grosseur de grain initiale donnée, il existe un seuil d'écrouissage en deçà duquel le métal ne peut pas recristalliser. Ce seuil franchi, il y a développement de très grands cristaux et même sous certaines conditions on peut obtenir des éprouvettes monocristallines.

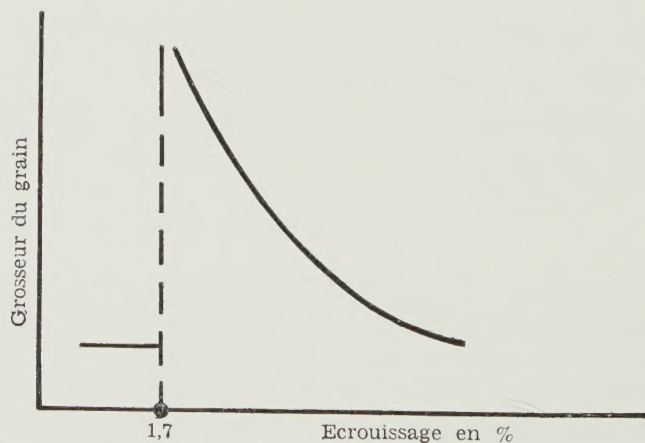


Fig. 1. — Courbe d'écrouissage critique relative à l'aluminium.

Pour l'aluminium la valeur de l'écrouissage critique est de 1,7 % (4). Cette valeur s'applique à un métal à grains fins où la déformation produite par l'écrouissage est statistiquement homogène. Dans le cas d'un aluminium pur, difficile à obtenir à petits grains si l'on veut un métal bien recristallisé, l'importance de la déformation varie légèrement d'un grain à l'autre et il est préférable de donner un écrouissage de 2 %.

**

b) Importance de l'homogénéisation du métal pour la préparation de monocristaux de fer pur industriel.

Pour le fer, un écrouissage de 3 % permet d'obtenir dans la plupart des cas des éprouvettes monocristallines. Le mode opératoire est le suivant : on utilise une tôle de fer pur industriel (fer Armco) de 3 mm d'épaisseur ; par laminage, on l'amène à 1 mm, puis on y découpe des éprouvettes de 10 cm × 2 cm. Ces éprouvettes sont recuites une vingtaine d'heures à 920°C, sous un faible courant d'hydrogène pur et sec ; ensuite elles sont écrouies de 3 % par allongement et recuites 3 jours à 870°C, toujours sous hydrogène.

Le laminage suivi du recuit au-dessus de A_3 homogénéise le métal. D'abord les cristaux métalliques existant sont brisés et s'organisent suivant une texture de laminage ; ensuite la transformation $Fe\alpha \rightleftharpoons Fe\gamma$ s'effectuant assez rapidement au chauffage puis au refroidissement provoque l'identité structurale de tout le volume de l'éprouvette. L'écrouissage critique est alors donné à une éprouvette à petits grains et homogène.

Voici des preuves expérimentales de la nécessité de ces traitements : nous avons voulu préparer des monocristaux de fer de plus grande épaisseur, soit 3 mm, par recuit à 950°C directement sur la tôle brute ; nous avons échoué. Nous sommes alors parti d'une barre parallélépipédique à section carrée de 10 mm de côté, amenée à 3 mm par laminage. Nous avons ensuite opéré comme à l'accoutumée et nous avons obtenu de très beaux monocristaux. Dans une autre série d'expériences nous avons essayé de préparer nos monocristaux en effectuant le premier recuit à température légèrement inférieure à A_3 . Malgré de nombreux essais nous n'avons réussi qu'à obtenir des cristaux de recristallisation secondaire (fig. 2).

**

c) Inhibition de la croissance des grains par le phénomène de polygonisation pour le fer très pur.

Etant donc bien familiarisé avec cette technique, nous avons entrepris la préparation de monocristaux de fer de très haute pureté. Ce fer est préparé au Laboratoire de Vitry par électrolyse (5) à partir de fer carbonyle. Après électrolyse les éprouvettes sont réduites sous hydrogène 48 heures à 930°C et dégazées sous vide à chaud.

	Mn	Ni	Cu	Co	P	As	C	O	N	S
en ppm.	0,3	5	2	1	1	1	15	40	8	9

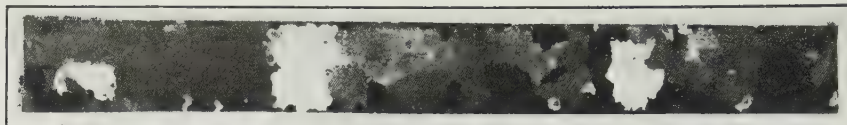
Le manganèse, le nickel, le cuivre, le cobalt, le phosphore et l'arsenic sont dosés après irradiation à la pile suivant la méthode des traceurs radioactifs (5). Le carbone, l'oxygène, l'azote et le soufre sont dosés par les méthodes de microanalyse mises au point au Laboratoire (6).

Nous avons appliqué la méthode habituelle à des éprouvettes de 8 cm × 1,5 cm et de 0,2-0,3 mm d'épaisseur ; nous n'avons jamais réussi à obtenir de gros cristaux (7). Nous avons modifié légèrement la méthode, en particulier en donnant une gamme d'écrouissages depuis 1 % jusqu'à 10 % ; même des échantillons écrouis très fortement par laminage et recuits très longtemps ne donnent pas de gros cristaux de recristallisation secondaire. Nous avons tout au plus constaté un léger grossissement de quelques grains.

Les éprouvettes obtenues ont été étudiées par la micrographie ordinaire et électronique. Elles sont polies électrolytiquement dans le bain de Jacquet acéto-perchlorique (5 % ClO_4H , 95 % CH_3CO_2H) fortement refroidi. Tout polissage mécanique, même aux abrasifs les plus fins, doit être évité. L'attaque est faite à l'acide picrique alcoolique à 5 % pendant un temps assez long, plusieurs heures parfois. Nous avons alors constaté que la plupart des cristaux présentaient l'aspect caractéristique de la polygonisation. La figure 3 est une micrographie de fer pur polygonisé montrant le dessin de la polygonisation sur les deux faces de l'éprouvette. Il faut remarquer que si le dessin n'est pas absolument identique des deux côtés, cela est dû au fait que la polygonisation est à mailles très fines et au fait que le sous-joint n'est pas perpendiculaire au plan de l'éprouvette.

La figure 4 est une micrographie électronique de fer pur polygonisé. La technique utilisée est celle des empreintes de formvar, intéressante par suite de sa simplicité et de sa commodité, mais qui malheureusement n'a pas un bon pouvoir de résolution. Cependant cela confirme que le sous-joint n'est pas continu mais est constitué par une suite de petites piqûres d'attaque.

**



Grandeur
naturelle

Fig. 2. — Fer Armco. Recristallisation secondaire.

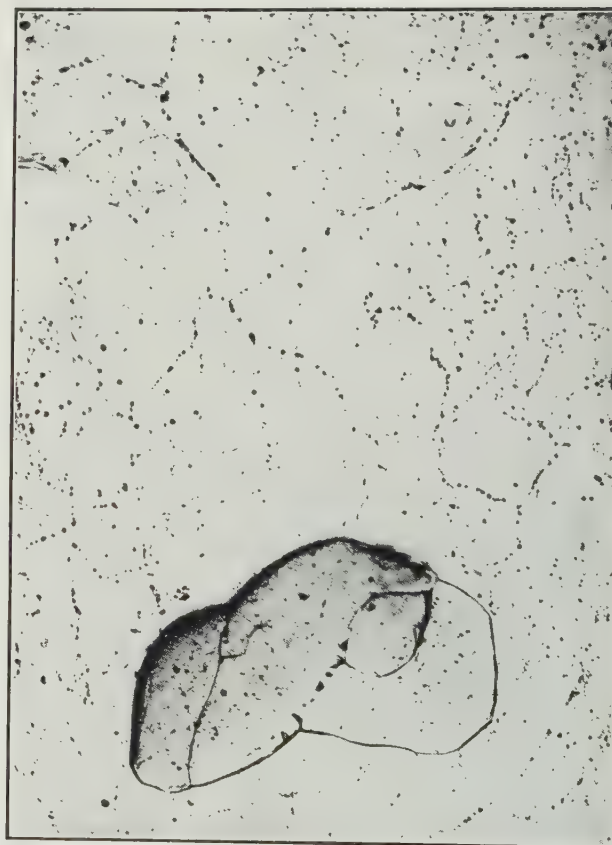
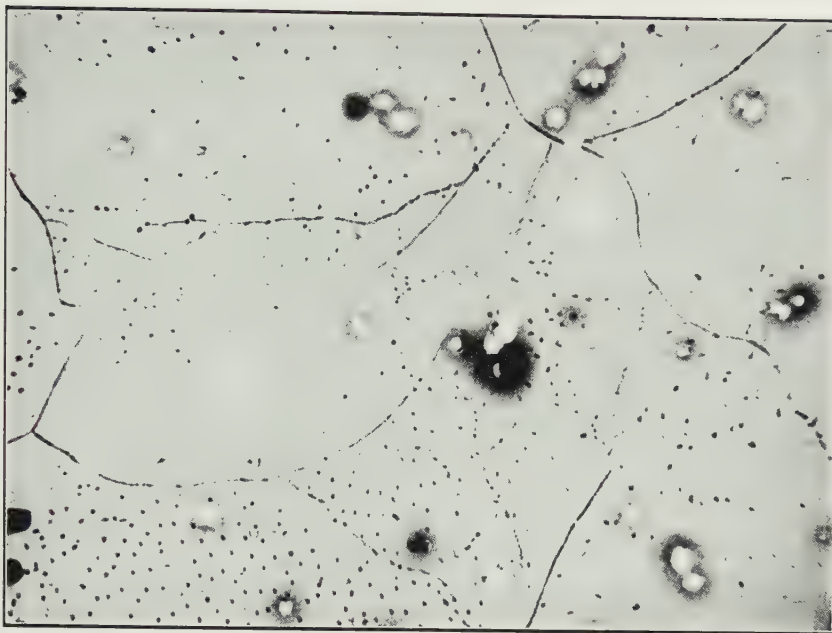
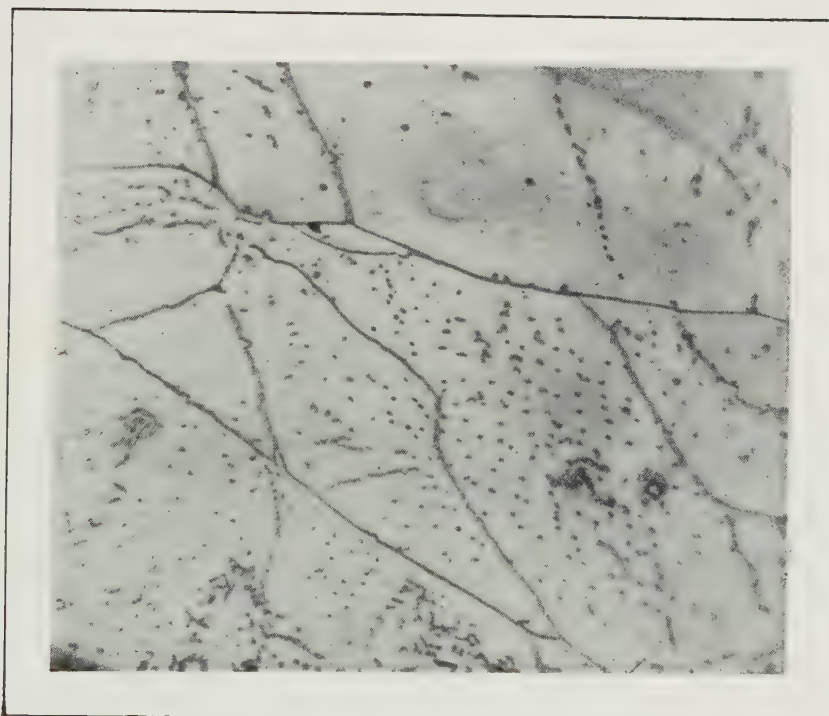


Fig. 3. — Fer pur polygonisé. La même région recto-verso.
G = 150
Le cristal, lui-même polygonisé, a servi de repère.



$G = 3000$

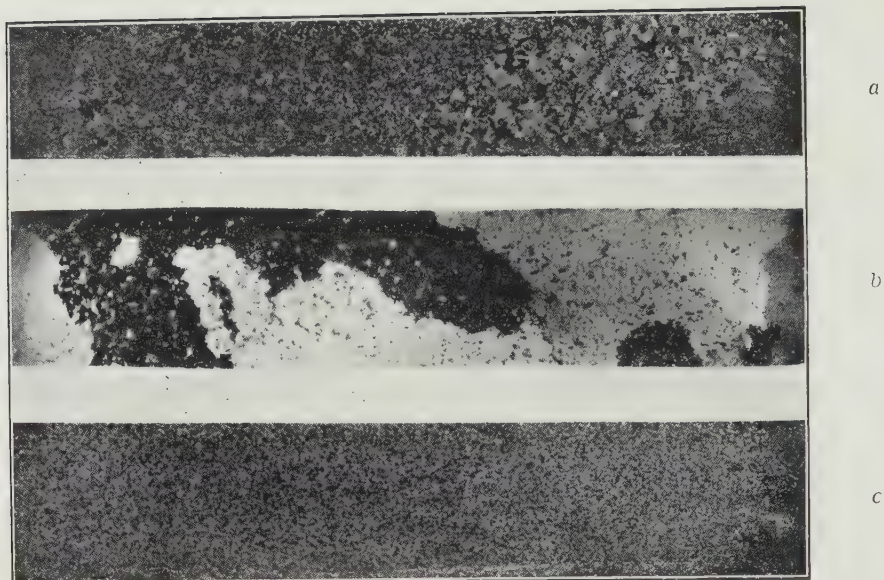
Fig. 4. — Micrographie électronique d'un cristal de fer pur polygonisé.



$G = 2000$

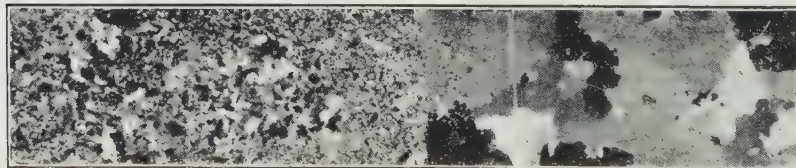
Fig. 5. — Sous-joints de polygonisation dans un cristal de fer Armco purifié par recuit de 8 jours à 950°C sous hydrogène.

Micrographie ordinaire.



Grandeur
naturelle

Fig. 6. — a) Recuit primaire de 24 h à 950°C,
b) Recuit primaire de 24 h à 950°C, écrouissage de 3 %, recuit 3 jours à 850°C
c) Recuit primaire 8 jours à 950°C, écrouissage de 3 %, recuit 3 jours à 850°C.



Grandeur
naturelle

Fig. 7. — Eprouvette 6 c. Partie droite polie électrolytiquement et attaquée.

d) Obtention de gros cristaux de fer très pur par la méthode de cémentation.

Dans le but de confirmer le rôle des impuretés, nous avons fait une contre-expérience. Nous avons introduit, par cémentation en phase gazeuse (8), une quantité de carbone de l'ordre de 0,035 % dans une éprouvette de fer pur et nous lui avons donné l'écroutissage habituel de 3 %. Nous avons alors obtenu après recuit à 880°C sous hydrogène le classique grossissement du grain. Ce procédé nous a permis de préparer des monocristaux de fer très pur, le carbone introduit initialement étant éliminé au cours du recuit final sous hydrogène pur et sec. Cette expérience a été répétée en opérant de manière à ce qu'il y ait un gradient de concentration en carbone d'une extrémité à l'autre de l'éprouvette. On a obtenu de nouveau un gros cristal et sa croissance a débuté dans la zone de teneur moyenne en carbone. En observant au microscope la limite entre la partie monocristalline et la partie polycristalline, nous avons constaté que les petits cristaux non absorbés étaient polygonisés.

**

e) Expérience sur le fer Armco purifié par recuit très prolongé.

Nous avons voulu répéter cette expérience sur le fer Armco débarrassé de ses impuretés métalloïdiques. Des éprouvettes de 1 mm d'épaisseur ont subi un recuit préliminaire de 8 jours à 950°C sous hydrogène. Nous les avons ensuite étirées de 3 % et recuites 3 jours au-dessous de A_3 . On constate que quelques grains seulement sont polygonisés. La *figure 5* montre l'un d'entre eux à très fort grossissement. La macrographie de la *figure 6* illustre cette expérience.

Nous avons effectué un polissage électrolytique prolongé de l'éprouvette ayant subi le recuit préliminaire de longue durée et donc pour laquelle le grain n'a pas grossi (celle de la *figure 6 c*). Nous avons alors constaté que la couche polycristalline polygonisée est superficielle et recouvre des cristaux de grande surface mais extrêmement minces (*fig. 7*), ce qui prouve que l'élimination à cœur des impuretés n'a pas été suffisante pour permettre la polygonisation, et la croissance des cristaux est restée possible.

Une autre expérience montre ce phénomène. Ayant préparé des éprouvettes de fer Armco de 1/10 mm d'épaisseur, nous avons constaté que, par la méthode habituelle, on n'obtient pas de gros cristaux; le recuit préliminaire de 24 heures provoque une purification du métal poussée jusqu'à cœur. Si le recuit préliminaire dure seulement 2 heures on obtient de nouveau des gros cristaux. Toutes ces expériences confirment l'importance de la purification du métal.

**

f) Rôle des impuretés, en particulier du carbone.

Dans le but de préciser les conditions de purification du fer Armco, par recuit sous hydrogène sec, nous avons fait l'analyse des principales impuretés métalloïdiques pour des durées croissantes de recuit. Pour des plaquettes de 1 mm d'épaisseur, recuites à 950°C, nous donnons les courbes de purification en carbone, oxygène, azote et soufre aux *figures 8, 9, 10 et 11*. Il faut remarquer en particulier l'élimination très rapide du carbone.

Ces expériences nous ont conduit à attribuer un rôle très important au carbone et à admettre qu'il inhibe la polygonisation. Du point de vue de la théorie de Cottrell (9), les impuretés bloquent les dislocations et celles-ci ne peuvent plus se rassembler en sous-joints. Si les impuretés sont en quantité insuffisante pour assurer ce blocage, les dislocations se réarrangent et on obtient l'état polygonisé, tout particulièrement stable, qui s'oppose au grossissement du grain.

**

B — NOUVELLE METHODE DE POLYGONISATION DES GROS CRISTAUX D'ALUMINIUM

a) Préparation des monocristaux d'aluminium très pur.

Il était très intéressant de vérifier si l'on peut répéter ces expériences sur l'aluminium très pur et de voir si les résultats sont analogues à ceux du fer. Pour cela nous disposons d'aluminium très pur préparé au Laboratoire par la méthode de la zone fondue (10). Cet aluminium est de titre au moins égal à 99,999 % pour

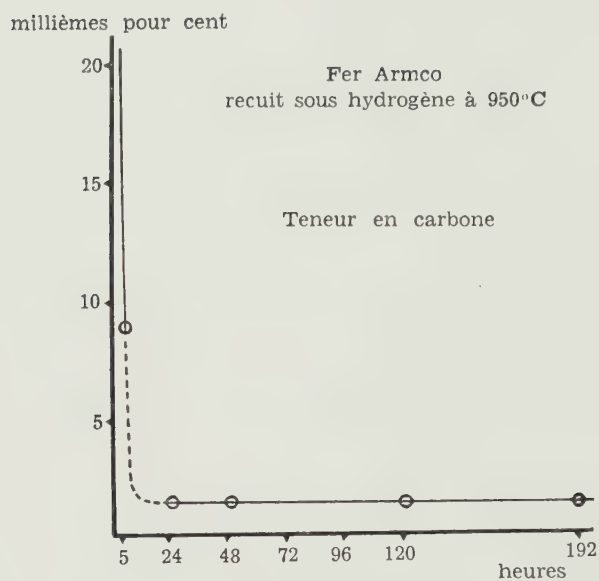


Fig. 8. — Teneur en carbone en fonction de la durée du recuit.

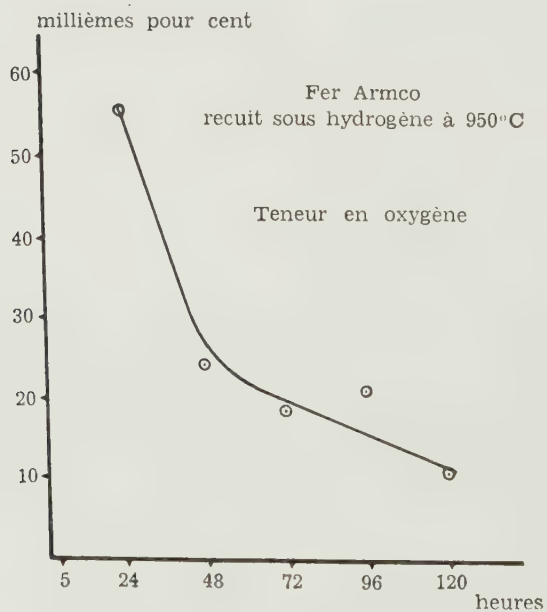


Fig. 9. — Teneur en oxygène en fonction de la durée du recuit.

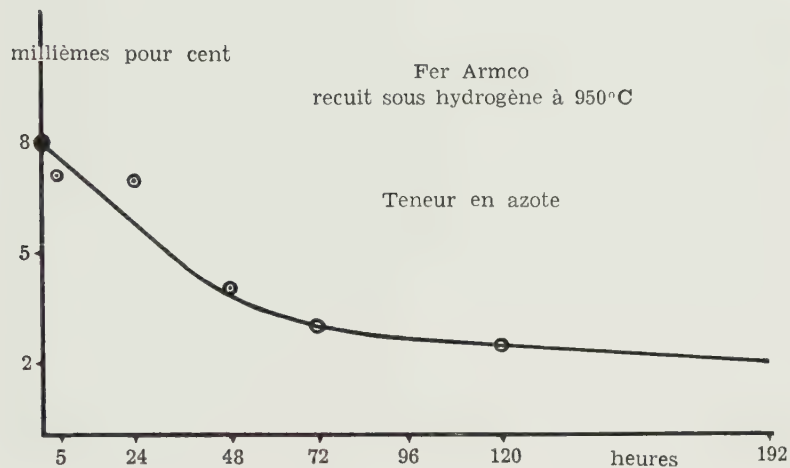


Fig. 10. — Teneur en azote en fonction de la durée du recuit.

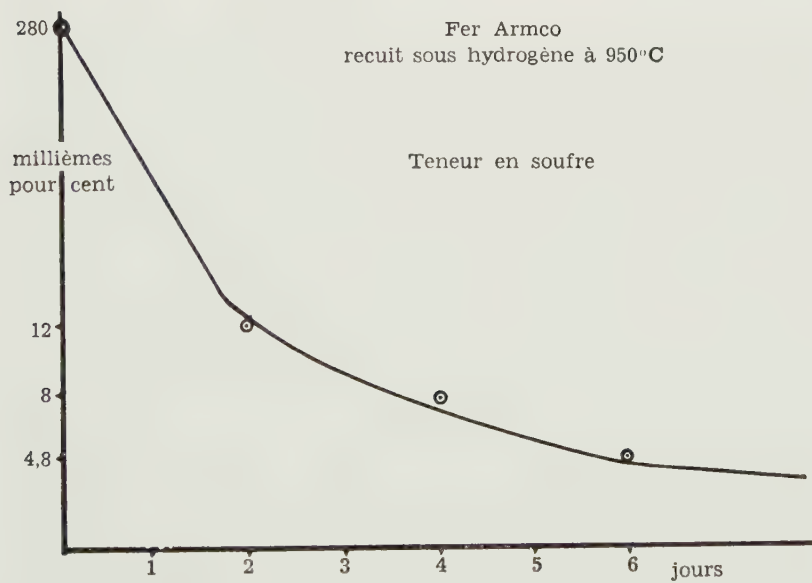


Fig. 11. — Teneur en soufre en fonction de la durée du recuit.



$G = 100$

Fig. 12. — Cristal d'aluminium 99,95 % polygonisé.



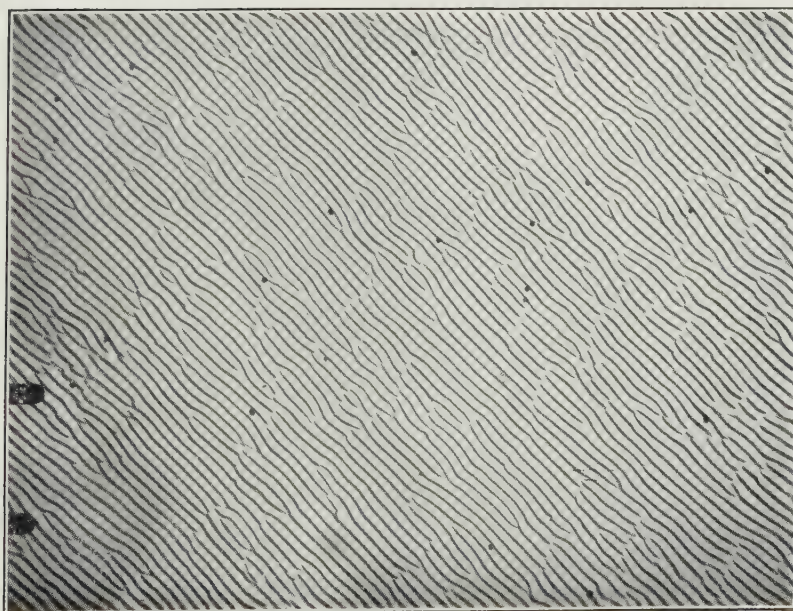
$G = 3000$

Fig. 13. — Micrographie électronique du sous-joint
(figuré par un alignement de figures de corrosion) d'un aluminium pur polygonisé.



G = 9000

Fig. 14. — La même plage à plus fort grossissement.



G = 14000

Fig. 15. — Plage comprise entre les deux figures de corrosion de la figure précédente.

tous les échantillons utilisés. L'analyse a été faite pour les principales impuretés. Nous donnons ici leur teneur pour un aluminium 3 passages, c'est-à-dire dans lequel la zone fondue est passée 3 fois de la tête à la queue.

	Cu	Na	Fe	Si
en ppm	0,4	0,2	6	3

Disons tout de suite que dans le cas de l'aluminium la méthode de préparation des gros cristaux par écrouissage critique a toujours donné de bons résultats et que jusqu'alors, même avec les aluminiums les plus purs, on n'avait jamais éprouvé de difficulté analogue à celle rencontrée pour le fer très pur. Cependant dans le cas très particulier de l'aluminium 99,999 %, il est nécessaire d'utiliser une technique un peu différente étant donnée sa température de recristallisation extrêmement basse. Ainsi, lorsqu'on le lamine à la température ambiante il recristallise instantanément; Albert a montré qu'en 5 minutes à 25°C les anneaux de Debye-Scherrer d'un aluminium 99,999 % écroui fortement ont complètement disparu (11). Par conséquent le découpage et la finition de l'éprouvette donnent en divers points du métal recristallisé un écrouissage supplémentaire qui provoque au cours du recuit ultérieur un grossissement du grain s'opposant à l'effet de l'écrouissage critique.

Nous avons alors adopté la technique suivante: le lingotin d'aluminium ultra-pur est laminé à une température voisine de celle de l'azote liquide (-193°C) et le métal est maintenu à cette température pour éviter la recristallisation; le découpage et la finition sont aussi effectués à cette température; on laisse ensuite le métal recristalliser à l'ambiante. On obtient alors des petits grains. L'éprouvette est allongée de 2 % par traction et, après recuit à 630°C , on obtient un monocristal. Donc pour l'aluminium de très haute pureté on a toujours la possibilité de préparer des monocristaux par la méthode d'écrouissage critique.

**

b) Méthodes d'études de la polygonisation.

Pour observer la polygonisation nous avons adopté deux techniques différentes.

1. — La micrographie.

C'est la méthode de Lacombe et Beaujard (12). Par polissage électrolytique au bain acéto-perchlorique de Jacquet, suivi d'une attaque au réactif aux trois acides, on développe de très belles figures de corrosion qui s'alignent préférentiellement aux sous-joints (*fig. 12*). Nous avons aussi essayé le réactif un peu différent indiqué par Wyon (13) mais les résultats n'ont pas été plus satisfaisants. Comme dans le cas du fer, le sous-joint est marqué par une succession de piqûres d'attaques plus ou moins serrées; entre ces piqûres on ne voit absolument pas de discontinuité. Nous avons alors fait quelques observations au microscope électronique par la méthode des couches minces d'alumine formées par oxydation anodique. Les *figures 13, 14 et 15* montrent une même région à des grossissements différents. On distingue parfaitement les sillons étudiés par Bussy (15) (16) mais il est impossible de distinguer une quelconque discontinuité dans la région du sous-joint située entre deux figures de corrosion. Ceci confirme le fait que les sous-grains peuvent être extrêmement peu désorientés, observation qui sera vérifiée par les rayons X.

Nous avons aussi examiné les échantillons polygonisés avant et après oxydation anodique, en lumière polarisée avec interposition d'une lame teinte sensible (14). Il nous a été parfaitement impossible de distinguer une quelconque différence de coloration d'un sous-grain à l'autre.

2. — La diffraction des rayons X.

On peut utiliser différentes méthodes. Nous passerons en revue les principales et montrerons celle qui est la mieux adaptée à notre but.

Méthode de Debye-Scherrer. — Un aluminium polycristallin, écroui assez fortement, donne des anneaux de Debye-Scherrer continus. Kellar, Hirsch et Thorp (17) utilisant un collimateur très fin donnant un micro-faisceau de 30 microns de diamètre ont obtenu une ponctuation fine de ces anneaux. Ils ont établi que ceci cor-

respondait à une division du métal en cristallites de très petites dimensions. Cette méthode convient pour un métal très écroui.

Méthode de Laue.

1. — *Méthode de Laue en retour.* — Cette méthode peut déceler des désorientations entre blocs de petites dimensions ; cependant le volume de matériau irradié est très petit, la profondeur de la couche réfléchissante est de quelques microns. De plus, la désorientation doit être assez prononcée, de l'ordre du degré, pour que l'on puisse en tirer une conclusion. Crussard (18) étudiant la recristallisation de l'aluminium a montré que les taches en retour qui montrent de l'astérisme à la suite d'un écrouissage du métal se ponctuent lors du recuit ; c'est une réorganisation qu'il a appelée « recristallisation in situ ».

2. — *Méthode de Laue en transmission.* — Cette méthode a l'avantage sur la précédente de donner un diagramme relatif à un plus grand volume de métal. Il faut cependant être prudent dans ses conclusions car, comme Barraud l'a montré (19) sur des cristaux de sel gemme, les taches de Laue en transmission sont divisées en deux ou trois parties à partir d'une certaine épaisseur du cristal (fig. 16). Une des parties, la plus proche du diagramme, correspond à la face d'entrée ; une autre partie, la plus éloignée du centre du diagramme, correspond à la face de sortie ; si le cristal est suffisamment épais il existe une tache floue entre les deux autres et elle correspond à l'intérieur du cristal. De plus la méthode est moins sensible que la précédente.

Ces deux méthodes, qui d'ailleurs se complètent, ne donnent que des renseignements superficiels et fragmentaires et sont d'interprétation souvent délicate. Nous le mettrons en évidence dans une étude préliminaire du comportement de monocristaux écrouis.

3. — *Méthode à grande distance.* — Nous avons utilisé principalement la méthode très sensible de Guinier et Tennevin (20). Ces auteurs sont partis du principe de la focalisation des rayons réfléchis par une famille de plans réticulaires. Rappelons-en brièvement la technique. On produit une source de rayons X polychromatiques quasi ponctuelle au moyen d'une anticathode de tungstène à concentration d'électrons. Un large faisceau de rayons X traverse une grande surface de l'échantillon ; celui-ci est disposé normalement au faisceau et l'on montre géométriquement que tous les rayons réfléchis par une famille de plans forment un faisceau donnant une droite focale perpendiculaire au plan d'incidence.

Si la famille de plans considérée est très régulière, sans courbure, la focale obtenue est un segment de droite très fin ; pratiquement la finesse de la tache est limitée par l'épaisseur de l'échantillon, l'angle d'incidence et l'ouverture du faisceau. On peut observer une désorientation égale à 10 secondes.

Après avoir fait le diagramme de Laue en transmission à petite distance du cristal étudié, on choisit une tache de ce diagramme. On place l'échantillon à 50 cm du foyer de rayons X, on détermine par le calcul la position de la focale correspondant à la famille de plans étudiée puis on dispose le film à l'emplacement trouvé et perpendiculairement au faisceau réfléchi.

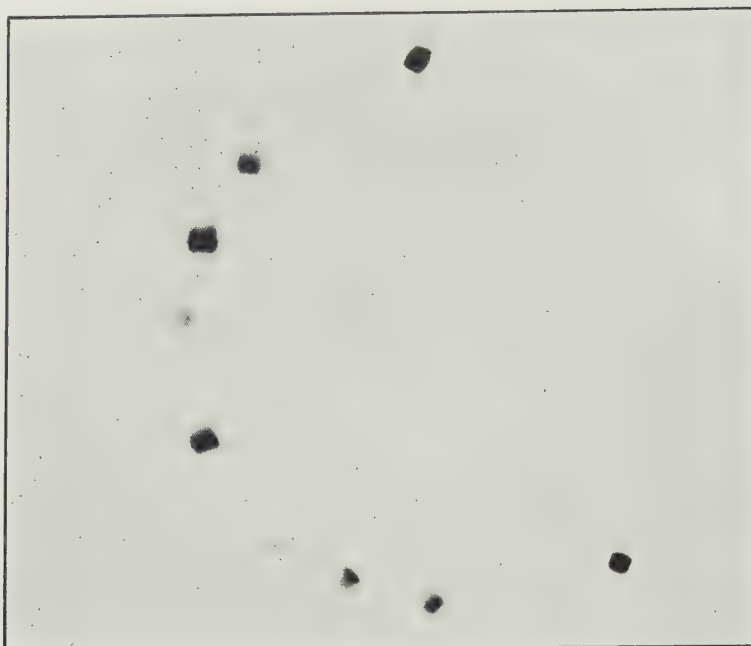
Cette méthode est particulièrement bien adaptée à l'étude des désorientations entre sous-grains d'assez grandes dimensions, ce qui est notre cas. En effet, la surface irradiée par le faisceau est de l'ordre du centimètre carré. Les plans choisis sont parfaitement sélectionnés et l'effet de focalisation donne une idée statistique assez exacte de leur arrangement.

Signalons enfin la variante de Lambot (21). Il utilise un faisceau monochromatique très étroit, le domaine de cristal irradié ayant 50 microns de largeur. Le cristal est fixé dans la position de Bragg relative à la radiation utilisée. Le pouvoir séparateur de sa méthode n'est pas supérieur à celui de la méthode précédente ; l'intérêt réside dans la diminution des temps de pose par suite de l'utilisation d'une raie caractéristique intense et dans la possibilité d'étudier la répartition des orientations des normales aux plans réflecteurs pour la famille étudiée.

**

c) Essais d'obtention de cristaux d'aluminium polygonisés. Discussion des résultats.

Nous nous sommes donc posé le problème de l'obtention de cristaux d'aluminium polygonisés. Nous avons fait de nombreux essais. Nous allons passer en revue les principaux résultats.



G = 4

Fig. 16. — Diagramme de Laue en transmission
Division des taches en deux parties correspondant l'une à la face d'entrée
et l'autre à la face de sortie du cristal.



G = 70

Fig. 17. — Spirale d'aluminium. Figures de corrosion et lignes de glissement.

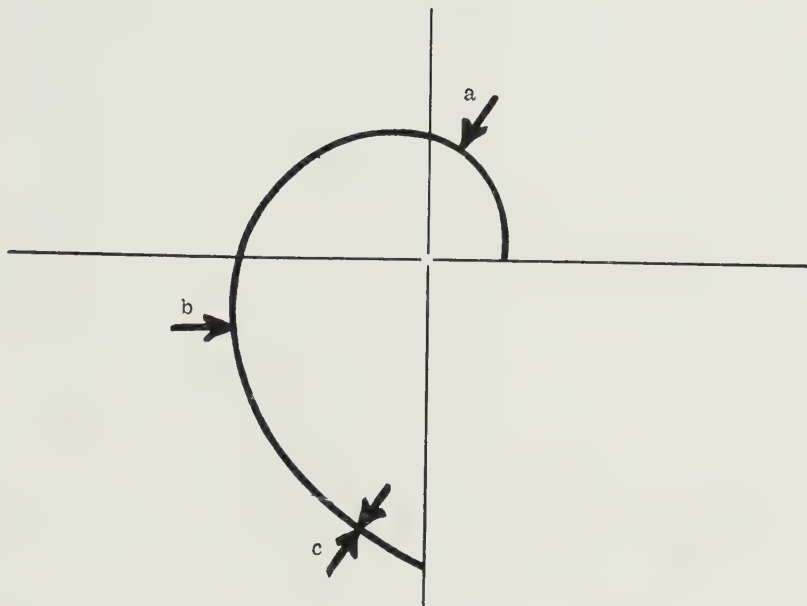


Fig. 18. — Points correspondant aux diagrammes de la figure suivante.

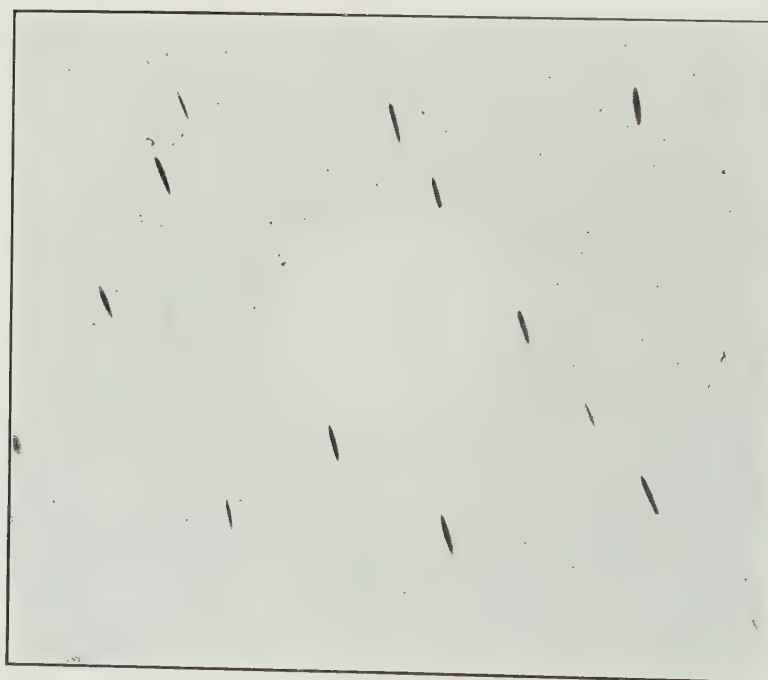


Fig. 19. — Taches de Laue en retour pour le même plan.
a) $G = 8$ b) $G = 25$ c) $G = 25$



Grandeur
naturelle

Fig. 20. — Diagramme de Laue en transmission sur *b*.



$G = 2$

Fig. 21. — Diagramme de Laue en retour sur la concavité d'un cristal courbé.

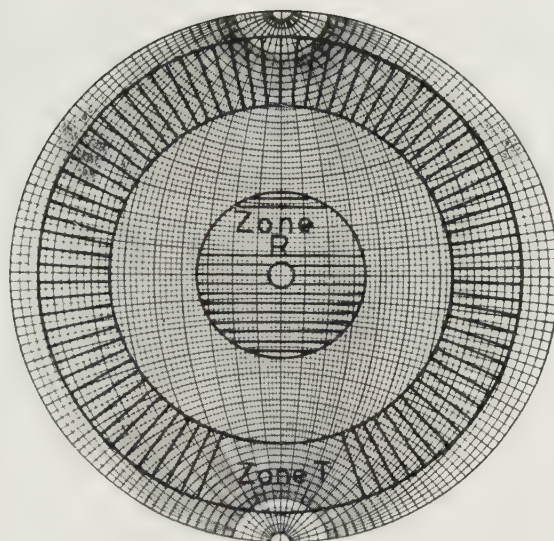
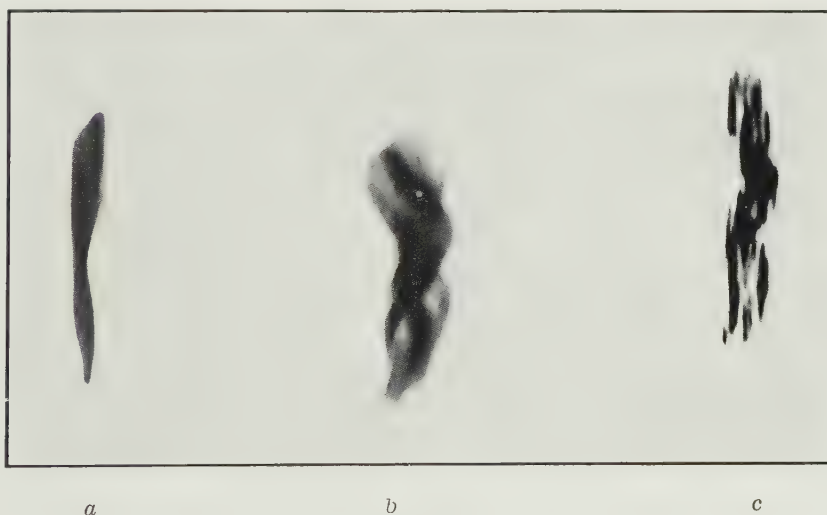


Fig. 22. — Lieu des pôles des plans donnés par les diagrammes de Laue en retour et en transmission pour un cristal unique. Distance échantillon-film : 3 cm.



Grandeur
naturelle

Fig. 23. — Macrographie de deux cristaux d'aluminium polygonisés.



a

b

c

$G = 1,5$

Fig. 24. — Cristal d'aluminium 99,95 %
a) Avant trempe
b) Après trempe
c) Après recuit huit jours à 630°C.

A la suite d'un certain nombre de publications sur cette question, nous avons d'abord adopté comme méthode la suite d'opérations : écrouissage et recuit. Pour nous faire une idée relativement précise de la quantité d'écrouissage nécessaire, nous avons fait une expérience de gradient de déformation. Nous avons obtenu par la méthode classique de l'écrouissage critique un monocristal d'aluminium 99,95 % d'environ 12 cm de long, 1,5 cm de large et 1,7 mm d'épaisseur. Nous avons alors calculé une forme géométrique telle qu'il y ait une variation continue d'écrouissage sur une longueur égale à celle de l'éprouvette monocristalline, la grandeur de la courbure étant fixée à chaque extrémité.

Nous avons trouvé une spirale d'équation :

$$\rho = 0,955 e^{0,3 \cdot y}.$$

A l'extrémité faiblement courbée de la spirale $\rho = 40$ mm, à l'extrémité fortement courbée $\rho = 10$ mm ce qui correspond pour l'éprouvette utilisée à des écrouissages compris entre 2 % et 8 %. Après avoir poli électrolytiquement notre monocristal, nous l'avons appliqué étroitement sur le gabarit puis nous l'avons recuit une quinzaine de jours à 630°C ; ensuite nous l'avons attaqué par le réactif aux trois acides. Nous avons observé quelques alignements de figures de corrosion sur la partie la plus fortement courbée (*fig. 17*). Sur la photographie on peut remarquer que les plans de glissement sont perpendiculaires au plan de la spirale et perpendiculaires aussi aux alignements. Il n'y a absolument pas trace d'alignement sur tout le reste de l'éprouvette.

Nous avons ensuite étudié divers points de la spirale (*fig. 18*) par la méthode de Laue. Voyons d'abord les diagrammes en retour. En *a* zone de plus forte courbure, la tache est allongée et correspond à une dispersion d'une dizaine de degrés (*fig. 19 a*) ; en *b* et *c*, la tache donnée par le même plan est beaucoup moins étalée (2° environ) mais a une apparence striée ; cette striation est monodirectionnelle pour la courbure moyenne et bidirectionnelle pour la faible courbure, les deux directions étant perpendiculaires (*fig. 19 b* et *19 c*). Les diagrammes en transmission sont très différents ; tandis que la tache correspondant aux plans équatoriaux est peu ou pas déformée, il y a un astérisme considérable des taches correspondant à des plans orientés dans le sens de la déformation (*fig. 20*).

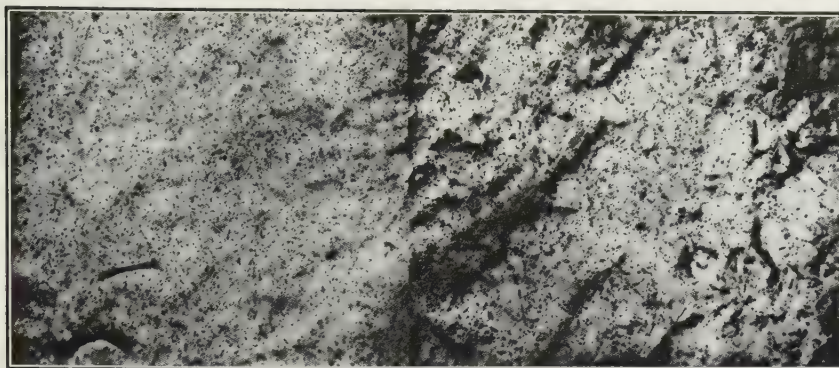
Dans ce cas l'influence de la courbure géométrique est très marquée. La photographie de la *figure 21* est un autre exemple de cette influence. C'est un diagramme de Laue en retour fait, cette fois, sur le côté concave de l'échantillon ; on constate un effet de focalisation extrêmement net mais il est difficile d'en tirer une conclusion sur l'astérisme ou la polygonisation du métal.

Les taches des diagrammes de Laue en retour sont toutes semblables car elles correspondent à des plans cristallins d'orientation peu différente de celle du plan constituant la surface de l'éprouvette ; le cône des normales aux plans donnant des taches de diffraction est de demi-angle au sommet de 35° environ ce qui représente des plans d'orientation relativement peu différente de celle du plan constituant la surface de l'éprouvette. Au contraire, les plans donnant des taches de diffraction dans le cas du diagramme en transmission sont d'orientations très différentes. Ceci est résumé dans la *figure 22*.

d) Nouvelle méthode de trempe à l'eau.

A la suite de ces essais il nous est apparu que les méthodes habituellement utilisées n'apportaient pas de certitude pour obtenir la polygonisation. Nous avons alors pensé à la trempe des échantillons, traitement qui donne une faible déformation au cristal et qui crée des contraintes internes élevées. Nous avons trempé à l'eau depuis 630°C des éprouvettes monocristallines de plusieurs centimètres de long et d'orientations variées ; nous les avons ensuite recuites plusieurs jours à 630°C. On obtient ainsi des cristaux polygonisés à mailles suffisamment larges pour être observables à l'œil nu. L'éprouvette de la *figure 23* est formée de deux cristaux obtenus de la manière indiquée mais les contours intragranulaires n'étant visibles à l'œil nu que sous une incidence particulière à chaque cristal, la photographie n'a pas rendu les contours du cristal le plus sombre. Par polissage électrolytique suivi d'une attaque par le réactif aux trois acides, on peut observer les classiques alignements de figures de corrosion. Aux rayons X, on observe que le cristal est assez parfait avant trempe. Après trempe on observe un élargissement de la tache ; après recuit on voit la striation (*fig. 24*).

Cette méthode de trempe est très favorable à l'obtention de cristaux polygonisés ; aussi avons-nous essayé de l'appliquer à des petits cristaux d'aluminium. Pour cela nous sommes partis d'éprouvettes d'aluminium de puretés différentes, bien recristallisées après laminage, et nous les avons trempées à l'eau depuis 630°C. Après un long recuit nous avons constaté que des cristaux de recristallisation secondaire se sont développés et que



G 12

Fig. 25. — Aluminium 99,95 %.
Monocristal trempé à une extrémité (T) et recuit à 630°C plusieurs jours.
Les sous-grains sont d'autant moins marqués
que l'on s'éloigne davantage de l'extrémité trempée.

certains d'entre eux sont polygonisés. Nous avons fait varier les conditions de recuit et de trempe mais nous n'avons pas réussi à obtenir du petit grain polygonisé. En effet si le recuit n'est pas assez long, la polygonisation n'a pas le temps de se produire et si le recuit est suffisamment long on obtient des cristaux de recristallisation secondaire.

Nous avons fait l'expérience complémentaire suivante : un monocristal est chauffé à 630°C puis une extrémité est trempée à l'eau ; il est ensuite recuit quelques jours à 630°C. Au microscope on constate que l'extrémité trempée est polygonisée tandis que les alignements de figures de corrosion sont de plus en plus rares lorsqu'on s'éloigne de la zone trempée (*fig. 25*).

Nous avons montré que les diagrammes de Laue à petite distance ne donnent pas de renseignements tout à fait sûrs au sujet de l'état polygonisé du métal. Un métal simplement déformé, non recuit, peut donner des taches de Laue morcelées ; cet aspect peut être dû aux glissements et en particulier aux bandes de déformations signalées par divers auteurs (22) (23). Il faut donc interpréter ces diagrammes avec beaucoup de prudence.

Par contre, les méthodes de Guinier-Tennevin et de Lambot se sont révélées très sensibles et nous apportent des renseignements intéressants sur la structure des grands cristaux dits « parfaits ». Dans le chapitre suivant, nous allons montrer l'application systématique de cette méthode à l'étude de l'évolution du cristal métallique suivant le degré de pureté du métal utilisé.

CHAPITRE II

APTITUDE A LA POLYGONISATION EN FONCTION DE LA PURETE POUR LE FER ET L'ALUMINIUM

A — APTITUDE A LA POLYGONISATION EN FONCTION DE LA PURETE DANS LE CAS DU FER

Dans le but de préciser l'influence de la pureté du métal sur le phénomène de polygonisation, nous avons étudié des monocristaux de métaux de différents degrés de pureté. Dans le cas du fer nous avons étudié le fer Armco, le fer très pur préparé au Laboratoire et enfin ce même fer carburé légèrement (24).

Dans le tableau suivant, nous donnons les analyses de deux des fers utilisés dans notre étude, toutes les purifications achevées.

Impu- retés en ppm	C	O	N	S	P	As	Mn	Ni	Cu	Co
Fer Armco .	30	40	10	10		280	250	220	1000	250
Fer très pur.	15	40	8	9	1	1	0.3	5	2	1

Après obtention du monocristal, on fait le diagramme de Laue en transmission à petite distance, on sélectionne plusieurs familles de plans cristallographiques et enfin on fait le diagramme à grande distance pour chacune de ces familles de plans. On écroute le monocristal par allongement ou par pliage de 0,2 à 4 % environ et on refait des diagrammes à grande distance sur les familles de plans choisies. On recuit le monocristal sous vide à différentes températures durant des temps égaux. Après chaque recuit on fait une série de diagrammes à grande distance ; on peut suivre ainsi l'évolution de la structure du métal.

a) Monocristal de fer Armco.

Le gros cristal de fer Armco a 2/10 mm d'épaisseur ; il a été préparé par la méthode classique de l'écrouissage critique ; il est ensuite écroui de 0,2 % par pliage puis redressé de manière à assurer la planéité de l'éprouvette. Avant toute déformation la désorientation est faible (*fig. 26 a*) ; après déformation le réseau est très perturbé et la tache s'étale, correspondant à une désorientation de 2° environ (*fig. 26 b*). Après un recuit sous vide de 12 heures à 250°C il n'y a pas d'évolution ; de même à 500°C, à 650°C (*fig. 26 c*). Après recuit de 9 heures à 850°C, l'aspect de la tache commence à évoluer, correspondant à une légère modification du réseau cristallin (*fig. 26 d*). Finalement, après 48 heures supplémentaires à 850°C, la tache change complètement d'aspect, son étendue diminue en même temps qu'apparaissent de nombreuses stries (*fig. 26 e*).

Nous avons opéré sur un autre cristal de fer Armco, en donnant un allongement de 1,2 % pour comparer l'influence des deux modes de déformation. La *figure 27* montre l'évolution d'une tache. La tache initiale est relativement fine. Après déformation, elle est très étalée. Le recuit de 12 heures à 600°C sous vide a pour effet de modifier très légèrement le cristal, comme le montre l'aspect de la tache. Enfin des stries courtes apparaissent dans la tache après recuit de 12 heures à 850°C.

*
**

Grandeur
naturelle

b

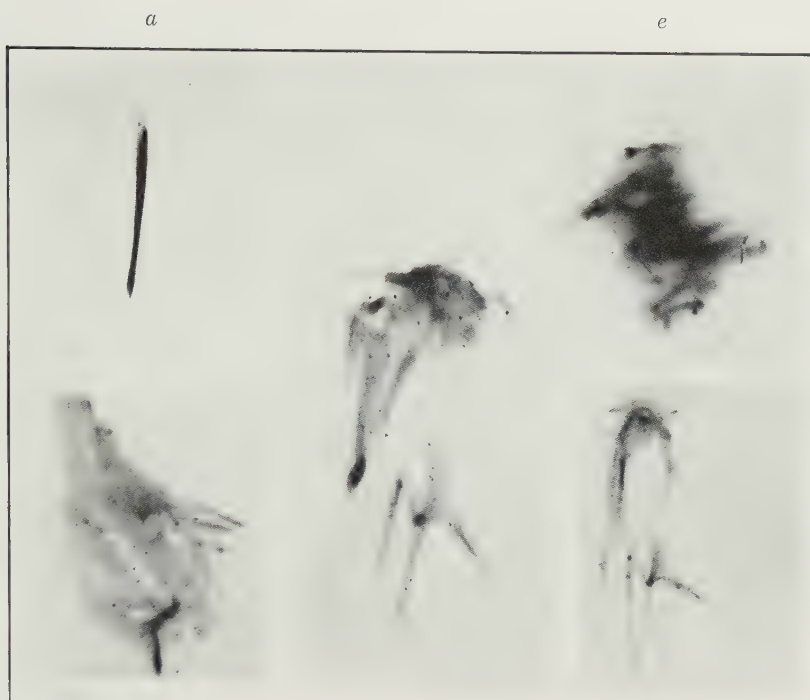


Fig. 26. — Cristal de fer Armco écroui de 0,2 % par pliage

- a) Avant écrouissage
- b) Après écrouissage
- c) Recuit sous vide 12 h à 650°C
- d) 9 h à 850°C
- e) 48 h à 850°C.

Grandeur
naturelle
Plan (110)

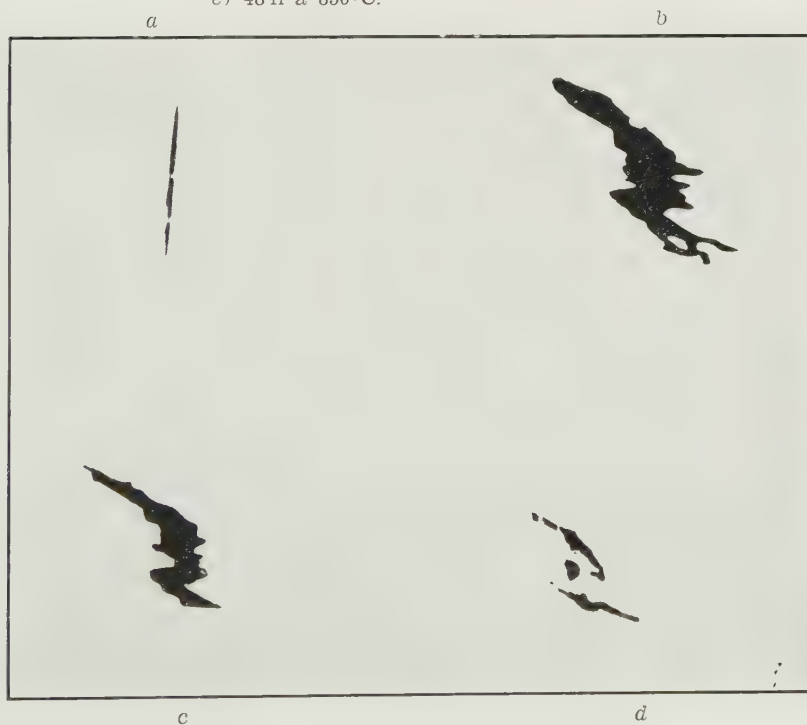


Fig. 27. — Cristal de fer Armco écroui de 1,2 % par allongement

- a) Avant écrouissage
- b) Après écrouissage
- c) 12 h sous vide à 600°C
- d) 12 h sous vide à 850°C.

Grandeur
naturelle

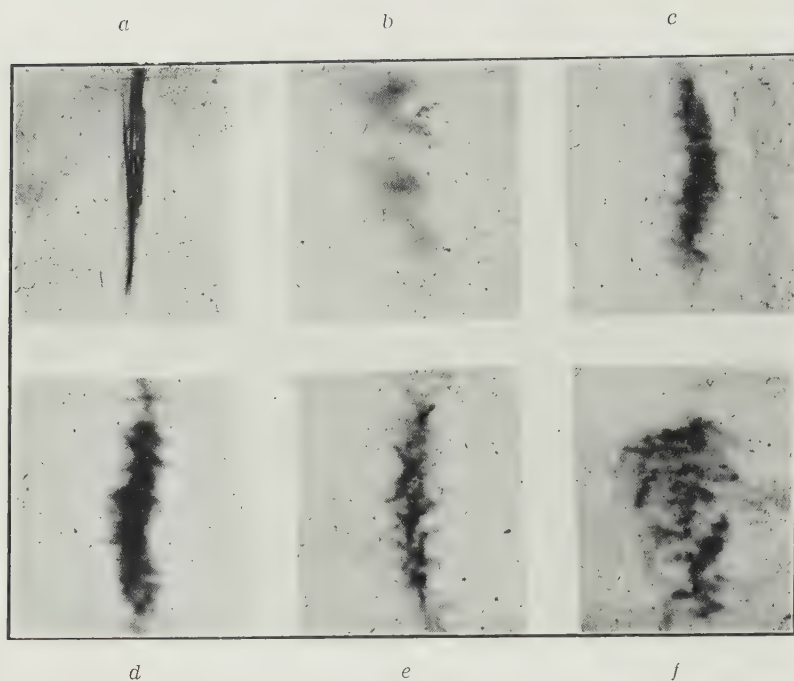
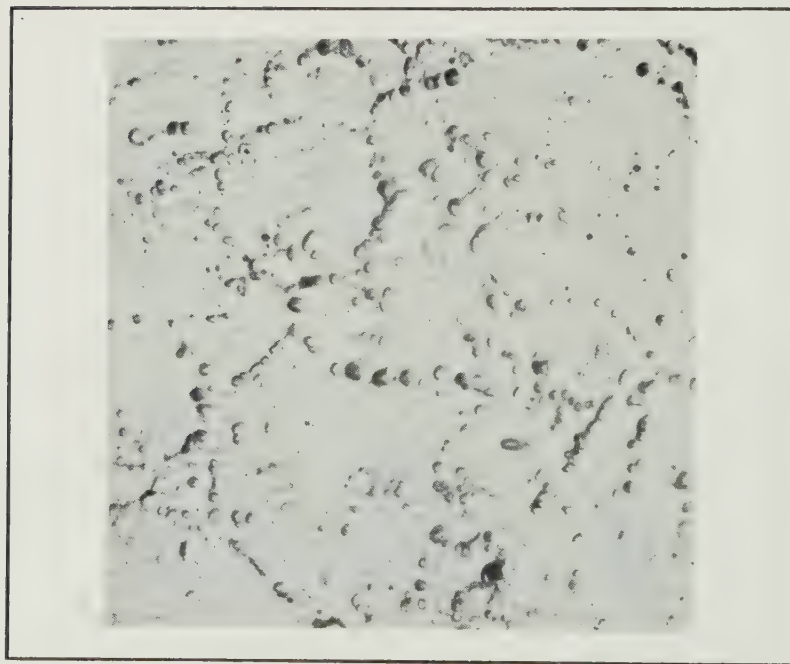
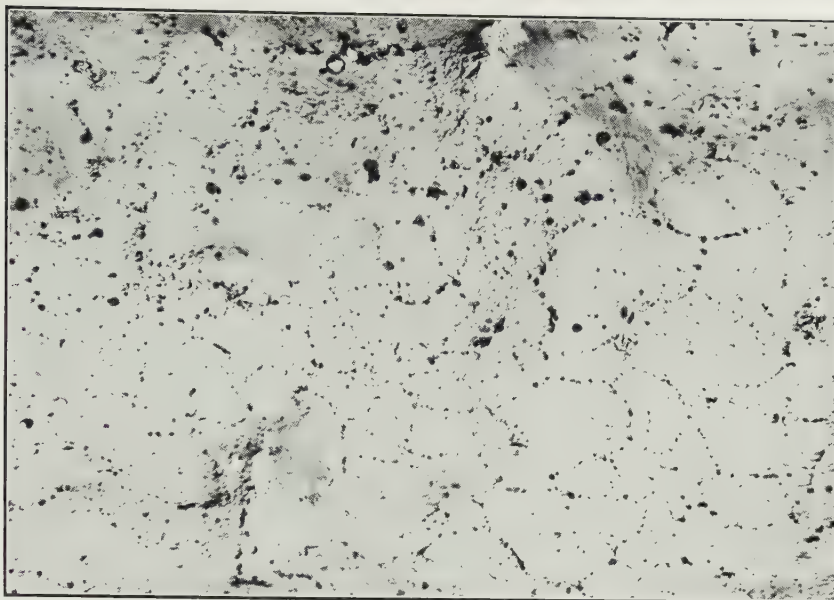


Fig. 28. — Cristal de fer pur. Plan (331)
 a) Avant écouissage par allongement
 b) Après écouissage de 4 %
 c) 20 h sous vide à 200°C
 d) 20 h à 300°C
 e) 20 h à 400°C
 f) 20 h à 800°C.



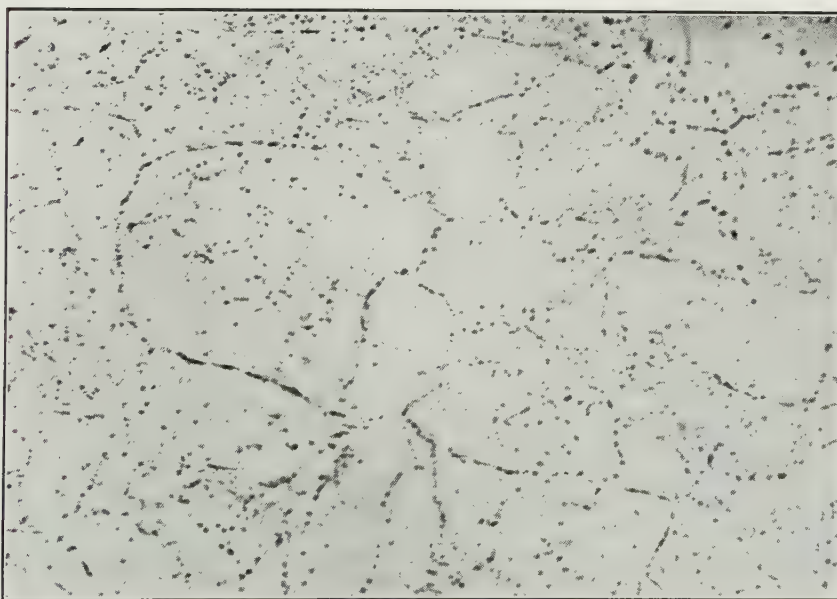
G = 180

Fig. 29. — Cristal correspondant à la figure précédente après recuit de 20 h à 300°C.



G = 150

Fig. 30. — Le même cristal après recuit à 400°C.



G = 250

Fig. 31. — Le même cristal après recuit à 800°C.

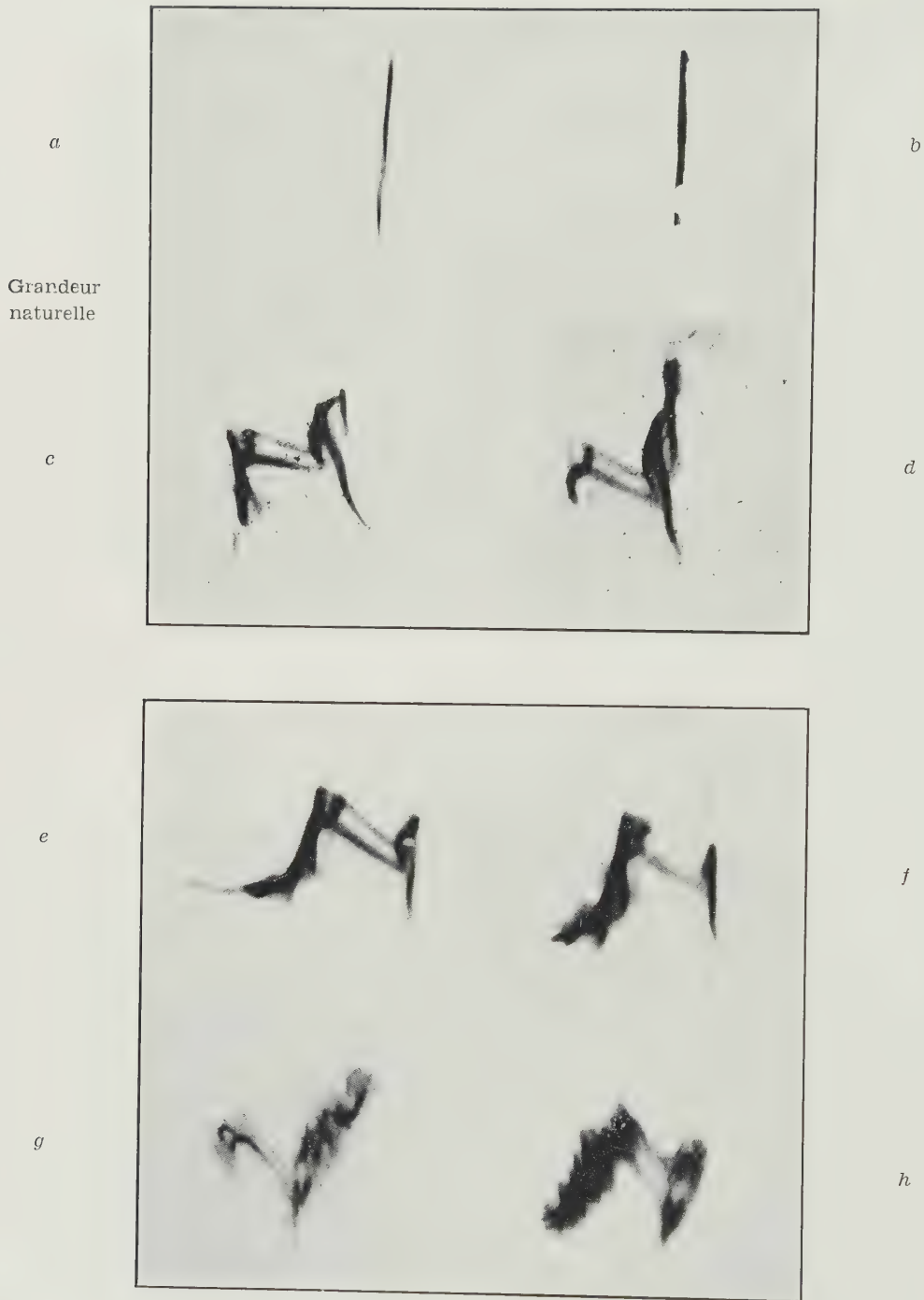


Fig. 32. — Monocristal de fer pur carburé. Plan $(12\bar{2})$

- a*) Avant traitement
- b*) Après carburation
- c*) Après écrouissage par pliage
- d*) Recuit 15 h sous vide à 250°C
- e*) 15 h à 500°C
- f*) 15 h à 650°C
- g*) 48 h à 850°C
- h*) Recuit sous hydrogène à 750°C.

b) Monocristal de fer pur.

Dans le cas du fer pur (25), un recuit prolongé dans l'hydrogène des gros cristaux obtenus par la méthode de cémentation élimine tout le carbone introduit. Leur épaisseur étant de 2/10 mm, il est certain que la purification a été poussée à cœur. La *figure 28* est relative à l'évolution de l'aspect de la tache donnée par une famille de plans (331), évolution observée par la méthode de focalisation à grande distance. Avant tout traitement, la perfection cristalline de ces plans est assez bonne. Après allongement de 4 % la désorientation des plans est environ cinq fois plus grande. Après recuit sous vide de 20 heures à 200°C, on a constaté un début de striation de la tache. Cette striation s'accroît après les recuits de 20 heures à 300°C, 400°C et 800°C. Un recuit très prolongé à 850°C ne modifie plus l'aspect de la tache, il y a stabilité.

Nous avons suivi parallèlement l'aspect micrographique du cristal après chaque recuit. Le polissage a été effectué au bain de Jacquet et l'attaque par le picral. Dans ce cas la méthode est d'une application délicate car l'échantillon de départ a 0,2 mm d'épaisseur et après deux ou trois polissages, attaques et recuits successifs le monocristal devient très mince et très fragile. Nous avons cependant pu observer la sous-structure après ces traitements à 300, 400 et 800°C (*fig. 29, 30 et 31*).

*
**

c) Monocristal de fer pur carburé. Rôle du carbone.

Dans le cas du fer la polygonisation débute donc à très basse température. Nous avons voulu voir si l'addition d'une impureté entraînait une variation de la température du début de polygonisation. Pour cela, nous avons utilisé un monocristal de fer pur, préparé toujours selon la méthode indiquée, et nous avons introduit dans ce monocristal, par cémentation à l'acétylène, environ 0,015 % de carbone.

Nous avons ensuite étudié le monocristal aux rayons X comme précédemment (*fig. 32*). Les plans (122) du cristal initial donnent une raie assez fine ; après carburation la raie n'a pratiquement pas changé ; après écrouissage par pliage la tache s'est considérablement étalée, correspondant à une désorientation des plans réticulaires de 45 minutes. Après recuit sous vide de 15 heures à 250°C la tache ne change pas d'aspect ; de même, après les recuits à 350 et 500°C. Après recuit à 650°C, la tache se modifie légèrement ; après recuit à 850°C pendant 48 heures, il y a début de striation de la tache. Enfin, en prolongeant le recuit la striation s'accroît. Si l'on élimine le carbone en recuisant l'éprouvette sous hydrogène à 750°C la striation s'accroît encore.

On peut donc conclure que le carbone a une influence considérable sur l'évolution du phénomène de polygonisation ; le fer pur légèrement carburé donne des résultats peu différents de ceux du fer Armco bien que les teneurs en impuretés métalliques soient très différentes.

*
**

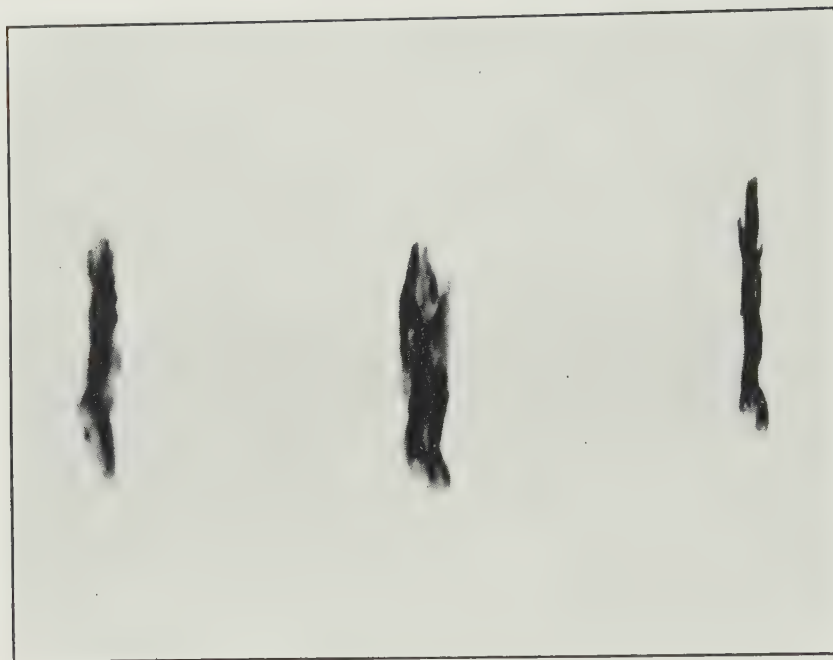
B — APTITUDE A LA POLYGONISATION EN FONCTION DE LA PURETE DANS LE CAS DE L'ALUMINIUM

Nous avons étudié parallèlement l'évolution de la polygonisation dans des monocristaux d'aluminium de différents degrés de pureté (26). Nous avons utilisé trois aluminiums différents : l'aluminium commercial 99,5 %, l'aluminium raffiné 99,95 % et enfin l'aluminium très pur préparé au Laboratoire et dont nous avons déjà donné l'analyse.

a) Comparaison de monocristaux d'aluminium de différents degrés de pureté.

Nous avons appliqué la méthode de trempe à un monocristal de chacun de ces aluminiums et, comme pour le fer, nous avons suivi aux rayons X l'évolution de la structure du réseau cristallin en fonction des durées de recuit.

Dans la plupart des cas examinés le cristal initial possède une assez bonne perfection cristalline, la désorientation des plans étant de quelques minutes ; après trempe, l'élargissement de la tache est assez marqué et après des durées croissantes de recuit on observe une striation progressive tandis que le fond continu diminue d'intensité ou même disparaît complètement.



a

b

c

Fig. 33. — Aluminium 99,999 $\frac{9}{10}$ %.

- a)* Après trempe
- b)* Après recuit 6 h à 630°C
- c)* 12 h à 630°C.



a

b

$G = 1,5$

Fig. 34. — Cristal d'aluminium 99,95 % trempé et recuit.

- a)* 12 h à 630°C
- b)* 24 h à 630°C.



Fig. 35. — Cristal d'aluminium 99,5 %. Plan (131).

- a) Avant traitement
- b) Après trempe
- c) 80 h à 630°C
- d) 120 h à 630°C.

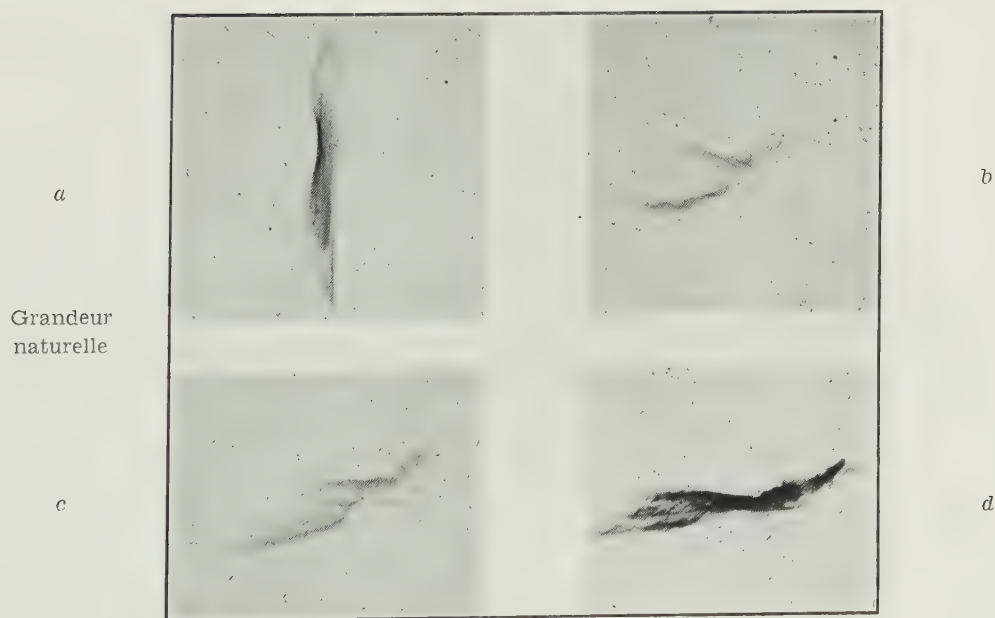
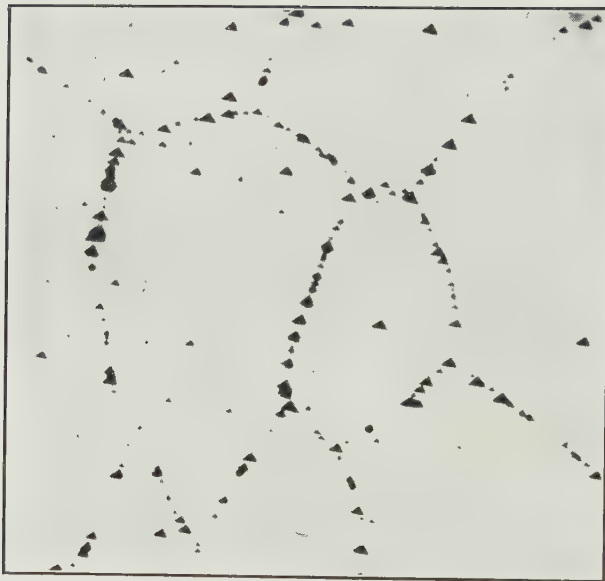


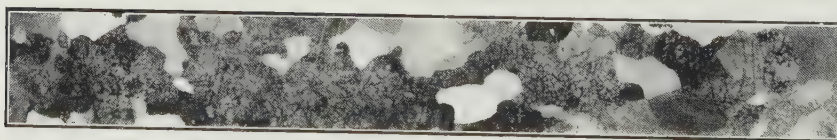
Fig. 36. — Aluminium 99,999 %.

- a) Avant traitement
- b) 2 jours à 400°C
- c) 3,5 jours à 520°C
- d) 12 h à 630°C.



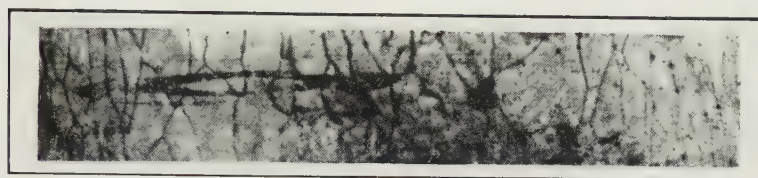
G — 100

Fig. 37. — Aluminium 99,999 % polygonisé.



Grandeur
naturelle

Fig. 38. — Aluminium 99,998 % à cristaux de recristallisation secondaire polygonisés.

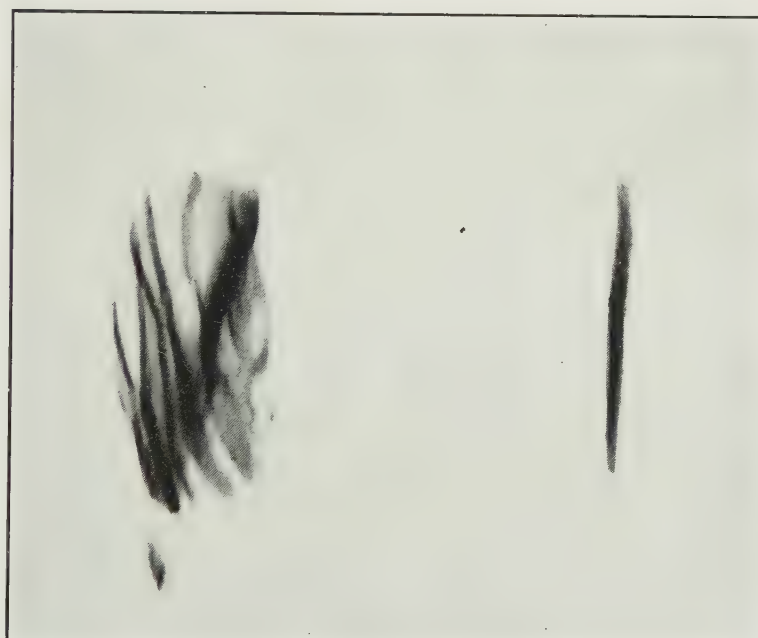


2

1

Grandeur
naturelle

Fig. 39. — Monocristal d'aluminium 99.95 % polygonisé.



a

b

$G = 1.5$

Fig. 40. — Taches de rayons X focalisés correspondant aux régions 1 et 2 de l'éprouvette.

Pour l'aluminium 99,999₅ % (dit 9 passages), le début de striation de la tache apparaît après 6 heures de recuit à 630°C ; cette striation est très nette après 12 heures de recuit à cette température (fig. 33).

Pour l'aluminium 99,95 %, la striation est nette après 24 heures de recuit. Si l'on prolonge les recuits, la striation n'évolue pas sensiblement, le cristal semble atteindre l'état le plus stable. Les figures 34 a et 34 b montrent l'aspect d'une tache (111) pour un aluminium 99,95 % après respectivement 12 et 24 heures de recuit à 630°C.

La figure 35 montre différents aspects de la tache correspondant au plan (131) pour un aluminium 99,5 % ; il est nécessaire de prolonger longtemps le recuit à haute température pour observer une striation nette.

Dans le cas de l'aluminium très pur nous avons fait des recuits à température plus basse afin de voir si l'on peut déceler plus tôt la polygonisation. Nous avons alors recuit un monocristal 2 jours à 400°C, puis 3 jours 1/2 à 520°C et enfin 12 heures à 630°C (fig. 36). La tache ne change pas après les recuits à 400 puis à 520°C. Après 12 heures à 630°C elle se modifie totalement, on voit des striations très nettes. En prolongeant le recuit 2 jours à 630°C l'aspect de la tache ne varie pratiquement pas. Nous avons contrôlé, par la micrographie, la polygonisation de nos cristaux. La figure 37 montre un aluminium de pureté très élevée. On voit parfaitement le réseau à large maille ($G = 100$). Il est important de remarquer que dans le cas de cet aluminium l'attaque est beaucoup plus lente mais donne des résultats analogues.

*
**

b) Obtention de monocristaux d'aluminium polygonisés sans déformation mécanique postérieure à leur croissance.

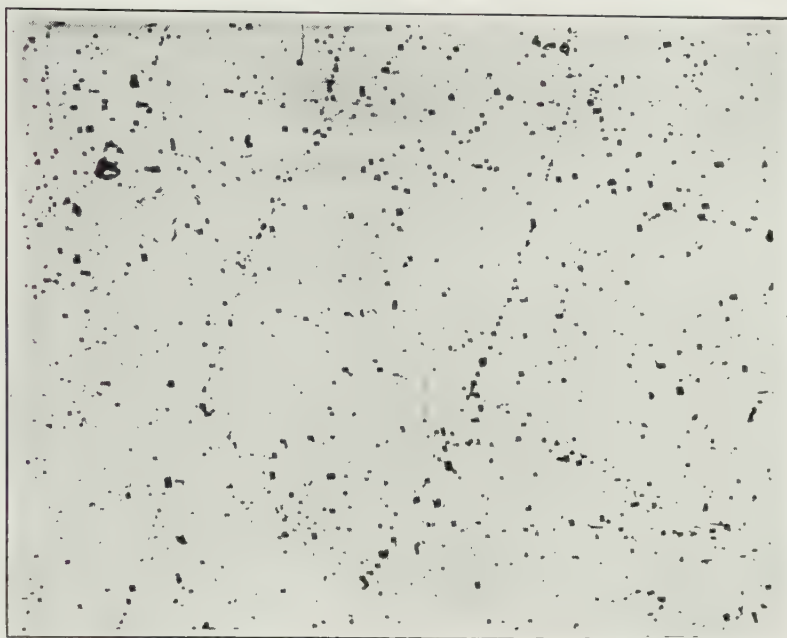
Au cours de nos expériences, nous avons remarqué que, pour de l'aluminium très pur, certains cristaux de recristallisation secondaire étaient polygonisés et ceci sans avoir subi d'écroutissage postérieur à leur croissance (fig. 38). Nous avons alors supposé que, dans des conditions favorables, on aurait des résultats analogues pour des gros cristaux obtenus par écroutissage critique. Pour le vérifier, nous sommes partis d'éprouvettes d'aluminium 99,95 % et 99,999₅ % recristallisées à petits grains après laminage. Nous les avons écrouties de 2 % par allongement, puis nous les avons placées dans un four, à l'ambiante, sur une sole parfaitement plane. La température monte lentement à 630°C et elle est maintenue une dizaine de jours dans le cas de l'aluminium 99,95 % et seulement 2 jours dans le cas de l'aluminium 99,999₅ %. Le four refroidit ensuite lentement. Dans ces conditions il y a croissance de très grands cristaux et l'on observe que tous ces cristaux sont polygonisés (fig. 39). Nous avons fait un diagramme de Laue par focalisation à grande distance relatif aux mêmes plans (100) pour deux régions de l'éprouvette. Pour l'une de ces régions, à contours intragranulaires assez serrés, la striation est grossière (fig. 40 a) ; la désorientation totale est d'environ 45 minutes. Pour l'autre région qui comporte un sous-grain de dimensions suffisamment importantes pour pouvoir faire un diagramme de focalisation à grande distance sur ce seul sous-grain, on obtient une raie épaisse correspondant à une désorientation d'environ 4 minutes (fig. 40 b).

c) Relations entre les diagrammes de diffraction des rayons X et l'aspect micrographique des cristaux d'aluminium polygonisés.

Nous avons donc constaté que les éprouvettes d'aluminium pur, à cristaux de recristallisation secondaire, montraient des cristaux polygonisés et des cristaux non polygonisés (27). Nous avons examiné ces éprouvettes au microscope, après attaque aux figures de corrosion, et, aux rayons X, au moyen de la méthode de focalisation à grande distance.

Une de ces éprouvettes a été étudiée d'une façon particulièrement détaillée. Elle a été préparée à partir d'un lingotin d'aluminium pur 99,998 %, laminé d'environ 90 % ; l'éprouvette est ensuite recuite un temps suffisamment long, à 630°C, pour obtenir des gros cristaux de recristallisation secondaire. Sur l'un de ces cristaux dont la face cristalline constituant la surface de l'éprouvette est voisine de (001), on observe des alignements de figures de corrosion de direction proche de $[100]$ (fig. 41) et semblables à ceux obtenus par Cahn sur des fils de zinc monocristallins courbés volontairement (28).

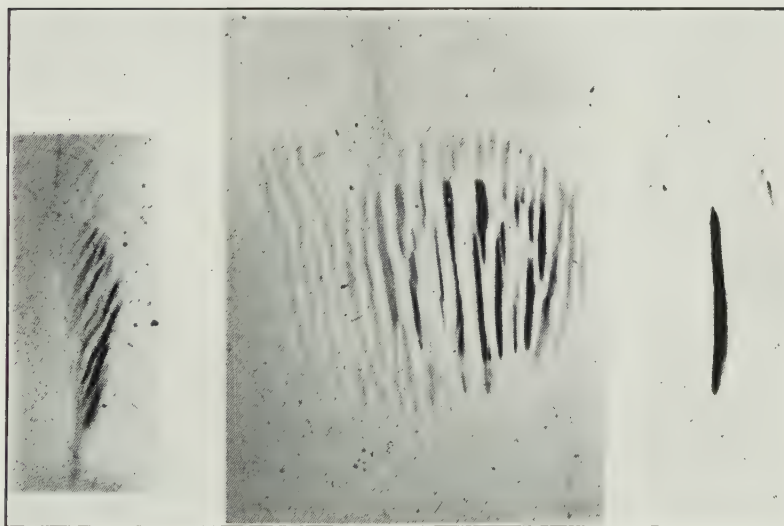
Nous avons alors sélectionné trois familles de plans cristallographiques sensiblement perpendiculaires au plan de l'éprouvette et nous les avons étudiées aux rayons X. La première de ces familles, dont la direction



G = 20

Fig. 41. — Aluminium 99,998 %. Alignements des figures de corrosion suivant une direction [100].

Grandeur
naturelle



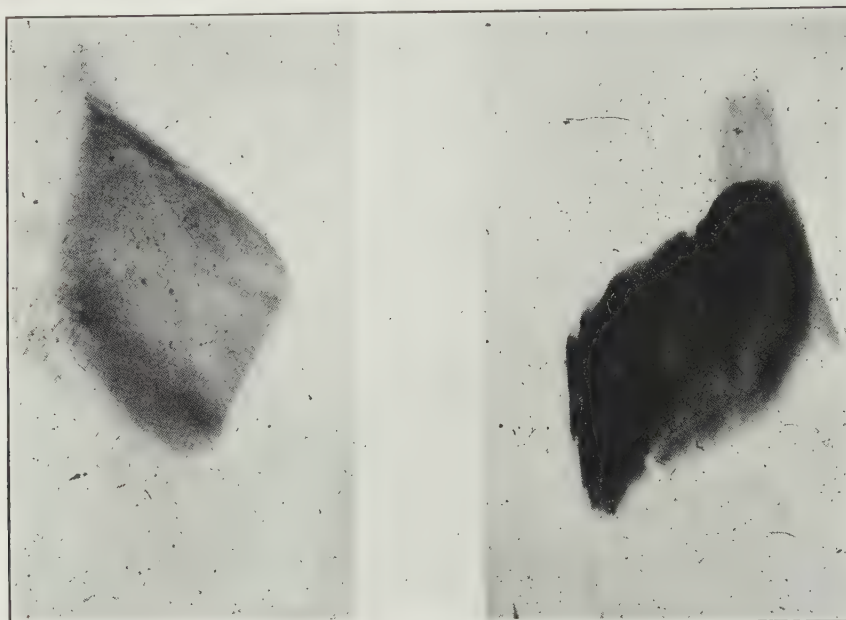
a

b

c

Fig. 42. — Taches de Laue à grande distance données par le cristal précédent.
a) Plan dont la direction de la trace est perpendiculaire aux alignements. Plan (5 $\bar{3}$ 1)
b) Trace parallèle aux alignements. Plan (3 $\bar{3}$ 1)
c) Direction intermédiaire.

de la trace est normale aux alignements, donne une seule raie. La largeur de cette raie correspond à une désorientation des plans étudiés égale à $3\frac{1}{2}$ minutes (*fig. 42 a*). La deuxième famille, dont la direction de la trace est parallèle aux alignements, donne de nombreuses stries bien séparées, sans fond continu (*fig. 42 b*) : la désorientation totale correspondant à ces stries est d'environ 2° . Pour une désorientation égale mais provoquée par une courbure géométrique du cristal, le calcul donne une valeur du rayon de courbure de 12 cm ; or notre éprouvette est parfaitement plane, donc on mesure une déformation effective du réseau cristallin. Chaque strie correspond elle-même à la focalisation par un sous-grain imparfait dans lequel les plans cristallographiques ont une légère courbure, la désorientation étant de quelques minutes d'angle. La troisième famille enfin dont la direction de la trace est intermédiaire, donne le diagramme de la *figure 42 c*.



a

b

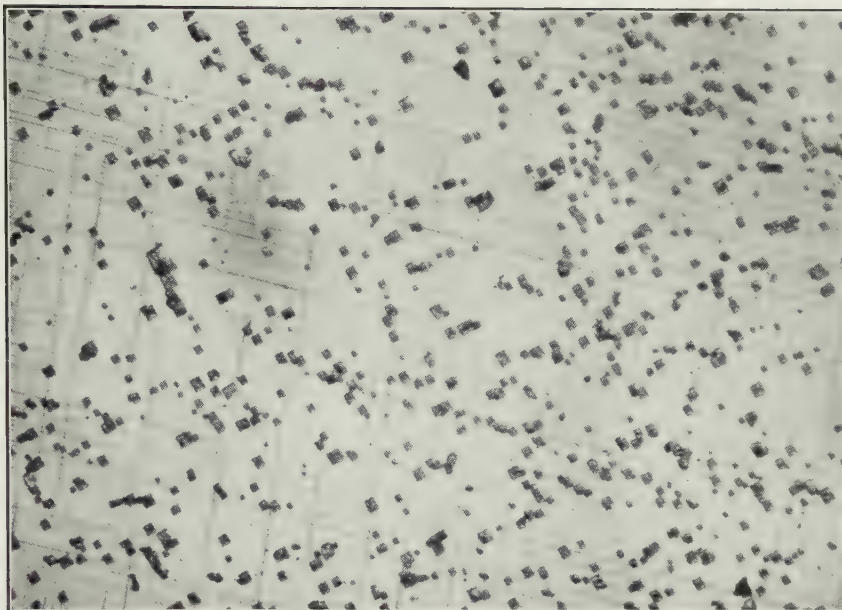
$G = 1,5$

Fig. 43. — Cristal adjoint au précédent et non polygonisé.
Deux familles de plans orthogonales.

Nous avons étudié de la même manière un cristal adjoint au précédent, d'orientation très différente (voisine de $(130) [\bar{3}1\bar{2}]$) et qui ne montre pas de polygonisation par micrographie. Deux familles de plans orthogonaux ont donné des taches floues et larges sans aucune apparence de striation (*fig. 43*). La désorientation pour ces taches est d'environ $1^\circ 10'$.

Ces résultats sont à rapprocher de ceux de Burgers ; il avait déjà étudié la polygonisation de monocristaux d'aluminium d'orientation déterminée, déformés et recuits longuement (30) ; il avait montré une grande différence d'aptitude à la polygonisation suivant l'orientation des plans cristallographiques par rapport à la direction de la déformation.

Nous avons signalé dans le premier chapitre les résultats auxquels nous a conduit une étude de l'importance de la déformation à donner pour obtenir la polygonisation. Dans le but de comparer nos résultats avec ceux d'autres auteurs, nous nous sommes placés dans les mêmes conditions opératoires. Nous avons étiré de 8 % un monocristal d'aluminium 99,99 %, d'orientation voisine de (100) . La *figure 44* est la micrographie de ce cristal après attaque. Après recuit d'une dizaine de jours à 630°C nous l'avons repoli et ré-attaqué ; on ne voit pas davantage d'alignements de figures de corrosion. Nous avons alors étudié plusieurs plans de ce cristal par la méthode de focalisation à grande distance. On constate que les taches ont un aspect ponctué très fin, sans trace de striation (*fig. 45*).



G = 125

Fig. 44. — Cristal d'aluminium étiré de 8 %, recuit 10 jours à 630°C et attaqué.



G = 1,5

Fig. 45. — Tache de Laue à grande distance pour une famille de plans du cristal précédent.

D'autres auteurs, dans des conditions analogues, ont constaté une striation du monocristal. Ces résultats en apparence contradictoires pourraient être dûs ou à la différence de comportement des cristaux suivant leur orientation par rapport à la direction de la déformation, ou au rôle de certaines impuretés en très faibles quantités, telles que le fer et le sodium.

Il faut remarquer que l'étude de la polygonisation pour des déformations très faibles, se situant à la limite du domaine élastique, donne des résultats beaucoup plus reproductibles. La polygonisation nous apparaît donc comme l'ultime étape de l'évolution du cristal métallique. Cet état est très stable pour l'aluminium comme pour le fer.

Il existe cependant une différence entre le fer et l'aluminium : la température de début de polygonisation reste proche de la température de fusion dans le cas de l'aluminium mais s'abaisse très fortement dans le cas du fer très pur. Mais cette difficulté pourrait être levée, à la suite de nos expériences, si l'on considère que le carbone joue un rôle extrêmement important ; sa seule présence à la dose de quelque 0,015 % provoque une élévation de plusieurs centaines de degrés de la température de début de polygonisation et cela quelle que soit la teneur en impuretés métalliques.

CHAPITRE III

CONCLUSIONS SUR L'ÉTAT POLYGONISÉ

A — STABILITE DE L'ETAT POLYGONISE. HISTORIQUE DE LA QUESTION

Nos résultats montrent que l'état polygonisé est un état final. Aussi bien pour les cristaux de recristallisation secondaire que pour les monocristaux obtenus par écrouissage critique, le recuit à température élevée provoque d'ultimes modifications du réseau cristallin. Cette question est importante, aussi allons-nous passer en revue les idées essentielles.

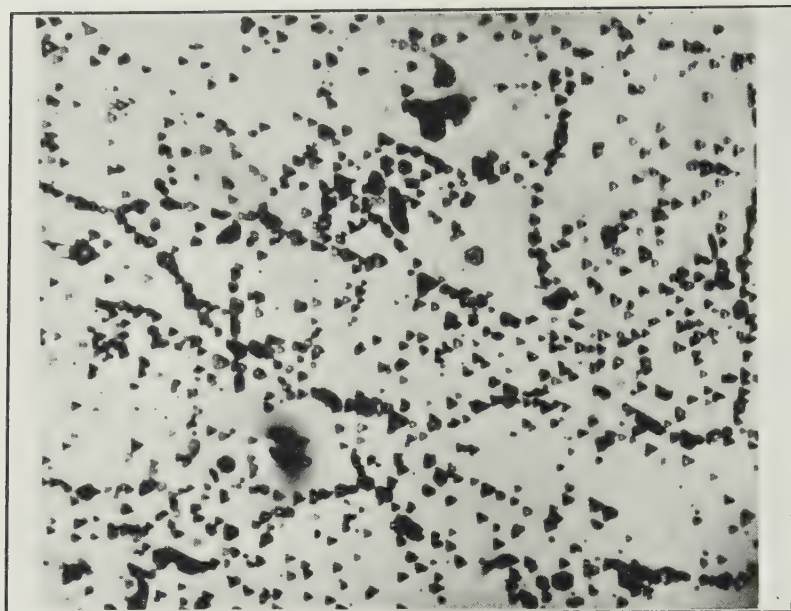
Darwin et Ewald ont, les premiers, substitué la notion de cristal imparfait à celle de cristal parfait. Cette hypothèse s'est imposée à la suite de leurs expériences sur l'intensité des rayons X réfléchis dans le domaine d'une réflexion de Bragg. La dimension des blocs « mosaïques » constituant le cristal serait de l'ordre de 0,1 micron. Par la suite, de nombreux auteurs ont cherché à préciser les dimensions, les orientations, la perfection de ces blocs « mosaïques » avec plus ou moins de succès. Mais, dans tous les cas, ces auteurs se plaçaient au point de vue purement cristallographique. Cependant, parfois, d'autres auteurs signalaient l'existence de contours à l'intérieur des cristaux métalliques. Ces contours étaient attribués à des particularités du métal ou de l'attaque et furent nommés « *veining* » « *subcrystallization* ».

Les premières observations systématiques furent faites en 1944 au laboratoire de Vitry par Lacombe et Beaujard sur des cristaux d'aluminium de haute pureté (12). Ils étudièrent le phénomène très soigneusement par la micrographie et les rayons X et purent démontrer d'une manière irréfutable l'existence à l'échelle du millimètre d'une sous-structure constituée par des sous-grains bien individualisés et séparés par des sous-joints de propriétés très différentes de celles des joints de grains ordinaires. Presque simultanément Crussard faisait des observations analogues dans le fer (« recristallisation in situ ») (18). Chaudron en 1949 faisait le point de tous ces résultats en insistant sur l'importance de ces sous-structures et de la pureté des métaux utilisés (29). Ceci devait être le point de départ d'un grand nombre de travaux. En 1947 et 1948 Orowan et Cahn nommaient le phénomène « polygonisation » et expliquaient son mécanisme au moyen de la théorie des dislocations. Guinier et Tennevin imaginaient une méthode d'étude radiocristallographique encore plus sensible, celle que nous utilisons dans ce travail.

Cependant les conditions exactes d'apparition du phénomène n'avaient pas été précisées sauf pour certains alliages d'aluminium (Lacombe et Berghezan) (31) et les auteurs sont encore divisés sur la question de la stabilité des sous-grains. La plupart d'entre eux admettent le mécanisme suivant : l'écrouissage du métal provoque la formation d'une très grande quantité de dislocations et au début du recuit elles se rassemblent en sous-joints pour former des sous-grains de taille submicroscopique ; au cours du recuit ces sous-grains grandissent par basculement les uns dans les autres, ceci accompagné d'une migration des parois de dislocations. Si le recuit est prolongé suffisamment on aboutit à des sous-grains de grandes dimensions [Burgers (32), Jacquet (33)].

Nos expériences au contraire nous permettent d'affirmer que les sous-grains formés ne bougent plus. Sous l'effet du recuit les dislocations se rassemblent en parois dans les régions où existent des tensions internes. La formation de ces sous-joints est longue, comme le montrent nos clichés de rayons X ; la vitesse de diffusion des dislocations dans le réseau est faible et on peut concevoir que, une fois les sous-grains formés, il n'y ait plus suffisamment d'énergie pour permettre à deux sous-grains de se fondre en un seul. Cet état, ultime étape de la réorganisation du réseau cristallin, est le plus stable.

**



$G = 200$

Fig. 46. — Monocrystal 99,5 % obtenu par la méthode du four à translation, polygonisé par trempe et recuit.

Grandeur
naturelle

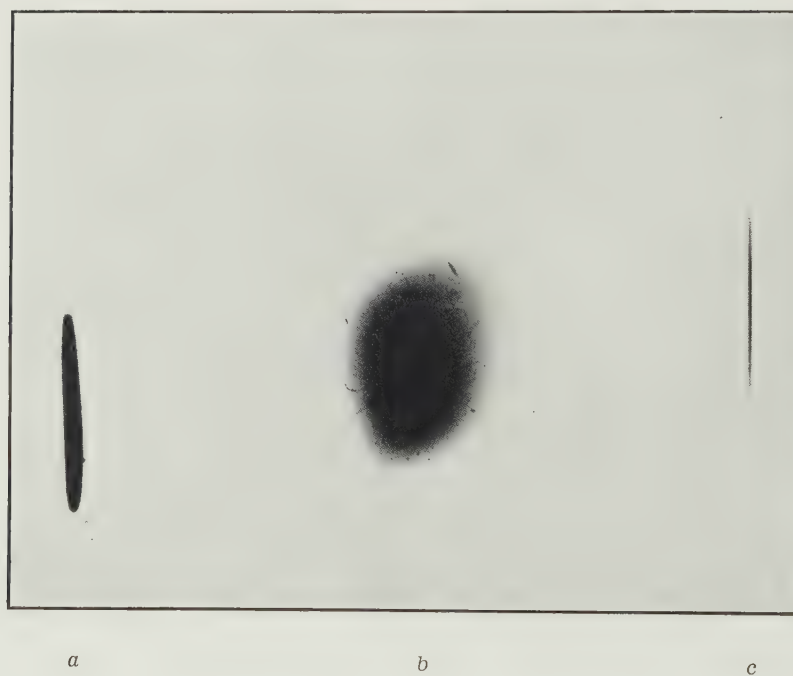


Fig. 47. — Taches de Laüe à grande distance données par le cristal précédent.
a) Avant traitement
b) Après écrouissage de 12 %
c) Après recristallisation.

B — MIGRATION DES DISLOCATIONS SOUS L'EFFET DES TENSIONS INTERNES DU METAL

Nous nous sommes demandé quelle est la cause de ce ré-arrangement intracristallin. Pour cela il faut souligner deux points de notre étude : en premier lieu, la modification se produit toujours à température relativement élevée quel que soit le métal, et en deuxième lieu, pour un métal donné, cette modification se produit d'autant plus facilement que le métal est plus pur.

La nécessité d'une température élevée s'explique si l'on considère que le métal recristallisé est dans un état déjà stable ; pour passer à un état encore plus stable il faut un apport d'énergie considérable et cet apport d'énergie se fait par le recuit prolongé à haute température provoquant une agitation thermique intense et favorisant la diffusion des dislocations. On montre en effet (9) que l'énergie libre associée à un groupement de dislocations est plus basse que celle correspondant aux mêmes dislocations isolées (ceci étant valable pour des dislocations-coin). L'existence de nombreuses dislocations isolées dans les cristaux métalliques a été démontrée. Mais il faut encore qu'il y ait dans le métal des zones où se produise le mouvement des dislocations. Nous faisons une hypothèse selon laquelle ce sont des zones de tensions internes. Certains auteurs [Burgers (32)] ont exprimé l'idée suivant laquelle dans un métal recristallisé subsistent des petites régions imparfaitement recristallisées qui peuvent être les germes de cristaux secondaires ; il est donc possible que ces cristaux secondaires ne soient pas encore totalement libres de tensions, ces tensions étant à l'origine du mouvement des dislocations. Bowles et Boas (34) signalent l'existence de tensions internes dans les métaux recristallisés ; ces tensions peuvent provenir de l'absorption par le nouveau cristal des anciens joints cristallins de la structure primaire.

A l'appui de cette hypothèse, nous avons fait l'expérience suivante (27). Nous avons obtenu par la méthode du four à translation (35) un monocristal d'aluminium 99,5 %. Nous l'avons trempé, recuit très longuement et nous avons obtenu la polygonisation sur toute l'éprouvette (*fig. 46*) ; aux rayons X, avant trempe, pour une famille de plans déterminée, on obtient une tache assez épaisse ; la désorientation est de quelques minutes (*fig. 47 a*). Nous avons ensuite étiré l'éprouvette d'environ 12 %. Après cette déformation la même famille de plans donne, aux rayons X, une tache floue sans aucun renforcement du fond continu (*fig. 47 b*). Ceci correspond à une déformation plastique parfaitement homogène, ce qui ne peut pas se produire pour un échantillon polycristallin où chaque cristal a son comportement propre suivant son orientation par rapport à la déformation et dans lequel la présence des joints de grains introduit des perturbations. Après recuit de 15 heures à 630°C l'éprouvette est recristallisée et un nouveau cristal, d'orientation différente du précédent, s'est développé dans presque toute son étendue. La croissance de ce nouveau cristal correspond à la valeur de l'écrouissage critique appliqué au cristal précédent. Ce nouveau cristal a été étudié aux rayons X pour deux familles de plans d'orientations très différentes ; on peut constater que les raies obtenues sont très fines (*fig. 47 c*), aussi fines que celles données par une lame de quartz ; le cristal obtenu à partir d'une matrice sans joint de grain et permettant une déformation parfaitement homogène a le maximum de perfection, pour la sensibilité de la méthode.

Enfin, dans une série d'expériences récentes sur l'aluminium pur, Montuelle et Chaudron (36) au cours d'une étude de l'influence des impuretés, ont mis en évidence le rôle des tensions internes. Ils ont montré qu'un monocristal d'aluminium de titre au moins égal à 99,95 % polygonise par simple passage à vitesse lente dans un four porté à 630°C. Ce simple fait de créer une « onde de tensions » dans l'aluminium pur provoque la polygonisation.

Cette expérience montre aussi que la vitesse d'évolution de la structure cristalline est sensible à la pureté du métal. Dans un métal pur, le ré-arrangement des dislocations se produit plus facilement que dans un métal chargé en impuretés. On a montré que la recristallisation d'un métal écroui de titre 99,999 % se produit dès — 50°C ; la germination et la croissance des cristaux par déplacement des joints cristallins sont donc fortement influencées par la pureté du métal ; il est concevable que la transformation des courbes en lignes brisées suivant le schéma de Cahn (37) soit plus facile avec un métal plus pur, cette transformation nécessitant de toute manière un apport d'énergie élevé ; ceci explique que les sous-blocs eux-mêmes ne soient pas parfaits, comme nous l'avons montré. Leur courbure n'est pas suffisante pour que l'apport d'énergie puisse provoquer la polygonisation.

CONCLUSIONS GÉNÉRALES

Les méthodes classiques de préparation de monocristaux se sont révélées d'une très grande fécondité dans leur application aux métaux de très haute pureté.

1) Nous avons montré que la méthode par écrouissage critique appliquée au fer électrolytique préparé au Laboratoire ne permettait pas d'obtenir de gros cristaux de ce fer. La micrographie nous a montré que les cristaux de ce métal étaient polygonisés.

2) Les méthodes de microanalyses mises au point au Laboratoire nous ont permis d'étudier les effets de très faibles teneurs en diverses impuretés et plus particulièrement du carbone.

Une teneur en carbone inférieure à 15-20 millièmes pour-cent provoque l'inhibition de la croissance des grains. Un métal témoin, légèrement enrichi en carbone par cémentation gazeuse, peut donner des cristaux de plusieurs centimètres carrés.

3) Nous avons étudié le phénomène de polygonisation dans de grands cristaux, par micrographie, et par les rayons X au moyen de la technique très fine de Guinier et Tennevin. Nous avons constaté que le fer très pur se polygonisait dès 200°C tandis que le fer Armco ou un fer légèrement carburé ne se polygonisaient que vers 800°C.

4) Nous avons alors pu préciser le mécanisme probable de ce phénomène en relation avec la théorie de Cottrell. Dans un métal de pureté peu élevée les impuretés bloquent les dislocations et celles-ci ne peuvent plus se rassembler en sous-joints. Si les impuretés sont en quantité insuffisante pour assurer ce blocage, les dislocations se ré-arrangent et l'on obtient l'état polygonisé très stable qui s'oppose au grossissement du grain.

5) Nous avons appliqué les mêmes méthodes de travail à l'aluminium 99,999 % préparé au Laboratoire par la méthode de la zone fondue.

Nous avons en premier lieu mis au point une méthode simple et reproductible d'obtention de gros cristaux polygonisés par trempe à l'eau suivie d'un recuit à haute température de ces gros cristaux.

6) Nous avons étudié l'évolution de la polygonisation dans ces gros cristaux pour des aluminiums de différents degrés de pureté, depuis l'aluminium commercial 99,5 % jusqu'au très pur 99,999 %, toujours par micrographie et par rayons X. Nous avons constaté, pour une température d'environ 630°C, que la polygonisation apparaît d'autant plus facilement que le métal est plus pur, mais nous n'avons pas constaté de polygonisation à plus basse température. Par contre en prolongeant très longtemps les recuits on n'observe plus aucune modification du cristal.

7) Nous avons montré que les cristaux de recristallisation secondaire sont tous polygonisés si le recuit est suffisamment prolongé. En particulier nous avons montré que l'aspect des taches de diffraction des rayons X peut être tout à fait différent suivant l'orientation du plan étudié par rapport au plan de surface de l'échantillon. Cet aspect est en relation avec la topographie des contours intragranulaires.

8) Ces résultats nous ont conduit à envisager la polygonisation comme un état final stable, postérieur à la recristallisation, et non comme un état intermédiaire entre écrouissage et recristallisation.

Ceci fait ressortir l'avantage de la méthode de trempe à l'eau. Par cette méthode en effet, on crée dans le volume du métal des tensions internes élevées, favorables à la polygonisation, et on évite une déformation de quelque importance favorable à la recristallisation ou même au simple mouvement des joints.

9) Des essais complémentaires sur l'évolution structurale de monocristaux ayant subi des écrouissages importants nous ont montré que les résultats obtenus sont difficiles à interpréter et qu'il faut tenir compte de facteurs tels que la pureté du métal, son histoire mécanique et thermique, l'orientation du cristal étudié par rapport à la direction de déformation.

10) La cause du mouvement des dislocations dans le métal peut être attribuée aux tensions internes. Celles-ci peuvent être produites par une très légère déformation ; le traitement thermique permet de libérer cette énergie accumulée et favorise le ré-arrangement en parois de dislocations. Cependant les impuretés assurent le blocage des dislocations ou au contraire ne s'opposent pas à leur mouvement, suivant les variations — parfois très faibles — de leur teneur.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] CHAUDRON (G.). — Contribution au problème des traces ultimes d'impuretés dans les métaux. *Bulletin de la Société Chimique de France*, 1954, n° 4, p. 419-422.
- [2] BURGERS (W.G.). — Recristallisation, déformation et restauration. (Rekristallisation, verformter Zustand und Erholung). [Dans : *Handbuch der Metallphysik*]. Leipzig, Becker & Erler, 1941, vol. III, 2.
- [3] CARPENTER (H.C.H.), ELAM (C.F.). — Préparation de monocristaux d'aluminium ; leurs caractéristiques de traction. (The production of single crystals in aluminium and their tensile properties). *Proceedings of the Royal Society of London*, 1921, A100, p. 329.
- [4] BEAUJARD (L.). — Nouvelles méthodes de préparation des monocristaux d'aluminium et leurs applications à l'étude microscopique et cristallographique de l'état métallique. Thèse Docteur ès Sciences, Paris, 1949, in-4°, 67 p.
- [5] TALBOT (J.), ALBERT (P.), CARON (M.), CHAUDRON (G.). — Méthodes de préparation et d'analyse d'échantillons de fer de très haute pureté. *Revue de Métallurgie*, décembre 1953, 50, n° 12, p. 817-828.
- [6] MOREAU (L.), TALBOT (J.), BOURRAT (J.). — Sur l'emploi de micro-analyseurs pour le dosage de l'oxygène et du carbone dans le fer pur. *Revue de Métallurgie*, novembre 1953, 50, n° 11, p. 775-780.
- [7] TALBOT (J.), BEAULIEU (C. de), CHAUDRON (G.). — Sur l'inhibition, par le phénomène de polycristallisation, de la recristallisation du fer pur. *Comptes Rendus des Séances de l'Académie des Sciences*, 23 février 1953, 236, n° 8, p. 818-820.
- [8] ALBERT (P.). — Sur l'introduction de C^{14} dans le fer pur par cémentation gazeuse. *Revue de Métallurgie*, décembre 1953, 50, n° 12, p. 829-832.
- [9] COTTRELL (A.H.). — Dislocations et écoulement plastique des cristaux. (Dislocations and plastic flows in crystals). Oxford, Clarendon Press, 1953, 223 p.
- [10] MONTARIOL (F.), REICH (R.), ALBERT (P.), CHAUDRON (G.). — Sur l'application de la méthode de la zone fondue pour obtenir une purification très poussée de l'aluminium. *Comptes Rendus des Séances de l'Académie des Sciences*, 15 février 1954, 238, n° 7, p. 815-817.
- [11] ALBERT (P.). — *Revue de Métallurgie* (à paraître).
- [12] LACOMBE (P.), BEAUJARD (L.). — Mise en évidence, par micrographie et par rayons X, des imperfections de structure des gros cristaux métalliques. *Comptes Rendus des Séances de l'Académie des Sciences*, 8 octobre 1945, 221, p. 414-416.
- [13] WYON (G.). — Contribution à l'étude des modifications structurales de l'aluminium et de ses alliages au cours du fluage. *Métaux Corrosion-Industries*, avril 1953, n° 332, p. 143-151.
- [14] LACOMBE (P.), MOUFLARD (M.). — Les applications de la micrographie en couleurs par formation de pellicules minces épitaxiales à teintes d'interférence à l'étude de l'aluminium, du fer et du cuivre. *Métaux Corrosion-Industries*, décembre 1953, 28, n° 340, p. 471-488, 5 pl. h. t.
- [15] BUSSY (P.). — Thèse, Paris 1955, à paraître.
- [16] BUSSY (P.). — Sur l'orientation d'une sous-structure fine observée au microscope électronique sur les faces des cristaux de l'aluminium et de ses alliages. *Comptes Rendus des Séances de l'Académie des Sciences*, 11 janvier 1954, 238, n° 2, p. 247-249.
- [17] KELLAR (J.N.), HIRSCH (P.B.), THORP (J.S.). — Examen par micropinceau de rayons X d'un métal plastiquement déformé. (An X-ray micro-beam examination of a plastically deformed metal [aluminium]). *Nature*, 1950, 165, n° 4197, p. 554-556.
- [18] CRUSSARD (Ch.). — Etude du recuit de l'aluminium. *Revue de Métallurgie*, avril 1944, 41, n° 4 p. 111-121.

- [19] BARRAUD (J.). — Optique de la méthode de diffraction des rayons X de Laue. Application à la mesure précise des paramètres cristallins et à la détermination de l'orientation des cristaux. Contribution à la détermination de la maille du mica muscovite. *Bulletin de la Société française de Minéralogie et de Cristallographie*, avril-juin 1951, 74, n^{os} 4 - 5 - 6, p. 223-372.
- [20] GUINIER (A), TENNEVIN (J.). — Sur deux variantes de la méthode de Laue et leurs applications. *Acta Crystallographica*, 1949, 2, n^o 3, p. 133-138.
- [21] LAMBOT (H.), VASSAMILLET (L.), DEJACE (J.). — Sur la mesure des désorientations réticulaires dans les monocristaux métalliques. *Acta Metallurgica*, novembre 1953, 1, n^o 6, p. 711-719.
- [22] BARRETT (C.S.), LEVENSON (L.H.). — Structure du fer après étirage, emboutissage et tractionnement (Structure of iron after drawing, swaging, and elongating in tension). *Transactions of the A.I.M.E.*, 1939, 135, p. 327-352.
- [23] JACQUET (P.A.). — Contribution à l'examen micrographique du cuivre. Mise en évidence des inclusions, de l'écroutissage, de la recristallisation et des microsoufflures. *Revue de Métallurgie*, mai 1945, 42, n^o 5, p. 133-148.
- [24] TALBOT (J.), BEAULIEU (C. de), CHAUDRON (G.). — Sur la polygonisation du fer très pur. *Revue de Métallurgie*, décembre 1954, 51, n^o 12, p. 839-844.
- [25] TALBOT (J.), BEAULIEU (C. de), CHAUDRON (G.). — Sur la polygonisation du fer pur. *Comptes Rendus des Séances de l'Académie des Sciences*, 31 mai 1954, 238, n^o 22, p. 2162-2165.
- [26] BEAULIEU (Ch. de), TALBOT (J.), CHAUDRON (G.). — Sur la polygonisation de l'aluminium de différentes puretés. *Comptes Rendus des Séances de l'Académie des Sciences*, 19 juillet 1954, 239, n^o 3, p. 270-272.
- [27] BEAULIEU (Ch. de). — Relation entre les diagrammes de diffraction des rayons X et l'aspect micrographique d'un cristal d'aluminium polygonisé, *Comptes Rendus des Séances de l'Académie des Sciences*, 31 janvier 1955, 240, n^o 5, p. 522-524.
- [28] CAHN (R.W.). — Recristallisation de monocristaux après pliage plastique. (Recrystallization of single crystals after plastic bending). *Journal of the Institute of Metals*, octobre 1949, 76, n^o 2, p. 121-143.
- [29] CHAUDRON (G.). — Recherches récentes effectuées en France dans le domaine des alliages légers. (Recent french investigations in the field of light alloys). *Journal of the Institute of Metals*, septembre 1949, 76, Part 1, p. 1-16.
- [30] BURGERS (W. G.), LIU (Y. H.), TIEDEMA (T.J.). — L'influence de l'orientation cristalline sur la polygonisation de monocristaux d'aluminium. (The influence of crystal orientation on polygonisation of aluminium single crystals). *Koninklijke nederlandse Akademie van Wetenschappen, Proceedings, Ser. B.*, 1951, 54, n^o 5, p. 459-463, 1 depl. h. t.
- [31] LACOMBE (P.), BERGHEZAN (A.). — Relation entre l'existence d'imperfection de structure des cristaux uniques d'aluminium pur et d'alliages Al-Zn et le processus de recristallisation. *Physica*, 1949, 15, n^o 1/2, p. 161-169.
- [32] BURGERS (W. G.). — Recristallisation et croissance des grains dans les métaux solides. (Recrystallization and grain growth in solids metals). [Dans : L'état solide]. Bruxelles, R. Stoops, 1952, p. 73-166.
- [33] JACQUET (P.A.). — Recherches expérimentales sur la microstructure de la solution solide cuivre-zinc 63/35 polycristalline très faiblement déformée par traction et sur son évolution au recuit entre 200 et 600°C. *Acta Metallurgica*, novembre 1954, 2, n^o 6, p. 752-796.
- [34] BOWLES (J.S.), BOAS (W.). Influence du système cristallin sur la recristallisation secondaire dans les métaux. (The effect of crystal arrangement on « secondary recrystallization » in metals). *Journal of the Institute of Metals*, juin 1948, 74, n^o 10, p. 501-519.
- [35] TIEDEMA (T.J.). — Préparation de monocristaux d'aluminium ayant une orientation définie. (Preparation of aluminium single crystals with a definite orientation). *Acta Crystallographica*, 1949, 2, n^o 5, p. 261-262.
- [36] MONTUELLE (J.), CHAUDRON (G.). — Influence des impuretés sur la polygonisation de l'aluminium. *Comptes Rendus des Séances de l'Académie des Sciences*, 14 mars 1955, 240, n^o 11, p. 1167-1168.
- [37] CAHN (W.). — Tensions internes et recristallisation. (Internal strains and recrystallization). [Dans : Progress in Metal Physics]. 1950, 2, p. 151.

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté :

Étude de la polygonisation en fonction de la théorie des dislocations

Vu et approuvé :

Paris, le 19 mai 1955.

Le Doyen de la Faculté des Sciences,

J. PERES.

Vu et permis d'imprimer :

Le Recteur de l'Académie de Paris,

Jean SARRAILH.

EDITÉ PAR LE
CENTRE DE DOCUMENTATION SIDERURGIQUE
(C. D. S.)

6, Rue de Lota, PARIS (16^e)
Tél. : PAS. 26-61

EDITÉ PAR LE
CENTRE DE DOCUMENTATION SIDERURGIQUE
(C. D. S.)

6, Rue de Lota, PARIS (16^e)
Tél. : PAS. 26-61
